

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 特 許 公 報 (B 2)

(11) 特許出願公告番号

特公平7-5884

(24) (44) 公告日 平成7年(1995)1月25日

(51) Int.Cl. <sup>9</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 9 K 11/08	G	9159-4H		
H 0 1 J 9/22	D	7250-5E		
	H	7250-5E		
61/42	Z	7135-5E		

発明の数1(全20頁)

(21) 出願番号	特願昭60-95682	(71) 出願人	999999999 ジーティーイー・プロダクツ・コーポレイ ション アメリカ合衆国01923マサチューセッツ州 ダンバーズ、エンディコット・ストリー ト100
(22) 出願日	昭和60年(1985)5月7日	(72) 発明者	エイ・ゲアリ・シゲイ アメリカ合衆国マサチューセッツ州レクシ ントン、ファイフアー・レイン8
(65) 公開番号	特開昭61-23678	(74) 代理人	弁理士 倉内 基弘 (外1名)
(43) 公開日	昭和61年(1986)2月1日	審査官	佐々木 秀次
(31) 優先権主張番号	6 0 7 8 4 6	(56) 参考文献	特開 昭52-11182 (J P, A) 特開 昭52-22586 (J P, A)
(32) 優先日	1984年5月7日		
(33) 優先権主張国	米国 (U S)		
(31) 優先権主張番号	6 0 7 8 6 5		
(32) 優先日	1984年5月7日		
(33) 優先権主張国	米国 (U S)		
(31) 優先権主張番号	7 1 8 0 9 5		
(32) 優先日	1985年4月3日		
(33) 優先権主張国	米国 (U S)		
(31) 優先権主張番号	7 1 8 0 9 6		
(32) 優先日	1985年4月3日		
(33) 優先権主張国	米国 (U S)		

(54) 【発明の名称】 けい光物質粒子を被覆する方法、けい光物質粒子、けい光ランプ、および製造方法

1

【特許請求の範囲】

【請求項1】 けい光物質粒子に連続的な微細粒子状でない共形保護被膜を形成するための方法において、

(a) けい光物質粉末の粒子を流動層に流動化する段階と、

(b) 流動化された粒子を、トリメチルアルミニウムである被膜用先驱物質が分解する温度よりも低い60℃～200℃の範囲内の第1の温度において、蒸発された当該被膜用先驱物質にさらして前記粒子を当該被膜用先驱物質で包囲する段階と、

(c) 前記被膜用先驱物質が反応して保護被膜を形成する温度より高い450℃～650℃の範囲内の第2の温度において前記流動化された粒子を包囲する前記被膜用先驱物質を反応させ、保護被膜の下にある個々のけい光物質粒子の特徴を写し取るのに十分な程度薄い300Åまでのあ

2

らかじめ定められた厚さの、連続的な微細粒子状でない共形の酸化アルミニウムの保護被膜を形成する段階とを含むことを特徴とするけい光物質粒子に保護被膜を形成する方法。

【請求項2】 前記けい光物質粒子が微細なけい光物質粉末であり、かつ前記粒子が流動化されている間に攪拌手段によって前記流動層の粒子を攪拌する段階を含む特許請求の範囲第1項記載の方法。

【請求項3】 前記けい光物質粉末が微細なけい光物質粉末と約1重量%までの流動化助剤との均一な混合物からなる特許請求の範囲第1項記載の方法。

【発明の詳細な説明】

産業上の利用分野

本発明はけい光物質に関する。詳しくいうと、本発明はけい光物質粒子およびけい光ランプに関する。

10

### 従来の技術

けい光物質は水銀蒸気放電ランプおよび種々の電子装置の観察スクリーンに使用されている。けい光物質が保護膜または顔料で被覆されるとけい光物質の性能が種々に改善できることは認められている。個々のけい光物質粒子の外表面を保護被膜で被覆する多くの試みが従来より行なわれている。

### 発明が解決しようとする問題点

しかしながら、従来の被覆方法では粒子の外表面上に所望の実質的に均一の厚さを有する連続する保護被膜を有する粒子をつくることができなかった。連続する保護膜を有するけい光物質粒子の性能の向上はけい光ランプの性能を向上する上で特に有益である。

### 問題点を解決するための手段

本発明によれば、個々のけい光物質粒子が流動層に浮遊している間に気相化学蒸着法によつて個々のけい光物質粒子に連続する保護膜を付着することを含む、個々のけい光物質粒子に連続する保護膜を適用するための方法が提供される。これら流動する粒子は気化された先駆物質に第1の温度でさらされる。この第1の温度は先駆物質が分解する温度より低い温度である。これら粒子が先駆物質によつて取囲まれた後、先駆物質は個々の粒子の表面に連続する保護膜を形成するように第2の温度で化学反応を起される。この第2の温度は先駆物質が保護膜物質となるように反応する温度より高いかまたは等しい温度である。

本発明の他の面によれば、けい光物質粒子の外表面を取囲む連続した保護膜を有するけい光物質粒子が提供される。

本発明のさらに他の面によれば、けい光ランプの光束維持率を改善する方法が提供される。この方法は微細のけい光ランプけい光物質粉末の個々の粒子に連続する酸化アルミニウム膜を付着して個々に、連続被覆されたけい光物質粒子を形成する段階と、少なくとも一層が個々に、連続被覆されたけい光物質粒子を含むけい光物質成分を有する一層以上のけい光物質層をけい光ランプ容器に塗布し、けい光物質被覆の容器を形成する段階と、このけい光物質で被覆された容器を処理して完成けい光ランプに仕上げる段階とを含む。

本発明のさらに他の面によれば、内壁が一層以上のけい光物質で被覆されたガラス容器を含み、少なくとも一層のけい光物質層が連続する酸化アルミニウム膜で個々におおわれた微細なけい光ランプけい光物質の個々の粒子を含むけい光物質成分を有するけい光ランプが提供される。

以下、添付図面を参照して本発明について詳細に説明する。

本発明の方法はけい光物質粒子が流動層内に浮遊している間にこれらけい光物質粒子に気相化学蒸着法によつて連続する保護膜を形成することを含む。これら流動粒子

は第1の温度で気化された先駆物質にさらされる。この第1の温度は先駆物質が分解する温度より低い温度である。粒子がこの先駆物質によつて包囲された後、先駆物質は第2の温度で化学反応を起されて個々の粒子の表面に連続する保護膜を形成する。この第2の温度は先駆物質が反応して保護膜物質になる温度より高いか等しい温度である。

流動層はけい光物質粒子中に不活性ガスを通し、不活性ガス流に粒子を浮遊させることによつて形成される。この方法において使用するのに適した不活性ガスの例は窒素、アルゴン、ヘリウム、ネオン、あるいはそれらの混合物である。けい光物質粒子を流動層に保持することのほかに、不活性ガスはキャリアガスとして機能する。けい光物質粒子が浮遊している反応室に不活性ガスが入る前に揮発可能な被膜用先駆物質が不活性ガス中に蒸発される。キャリアガスは被膜用先駆物質の蒸気で飽和されることが好ましい。気化された被膜用先駆物質を含むキャリアガスがけい光物質粒子中を上方へ通過し、これら粒子を流動層に浮遊させると、これら粒子はキャリアガスに含まれる被膜用先駆物質の蒸気によつて包囲される。

この方法においては、流動粒子は第1の温度において気化された被膜用先駆物質にさらされ、これら粒子を被膜用先駆物質で包囲する。この第1の温度は被膜用先駆物質が分解する温度より低い温度である。次に、流動粒子を包囲する被膜用先駆物質に第2の温度で化学反応を起させ、個々のけい光物質粒子の表面にあらかじめ定められた厚さの連続する保護膜を形成する。この第2の温度は被膜用先駆物質が反応して保護膜を形成する温度に等しいかそれより高い。

流動層は最低の温度から最高の温度までの範囲にわたる温度勾配に保持されることが好ましい。この再生の温度は被膜用先駆物質が分解する温度より低い温度であるべきであり、また最高の温度は被膜用先駆物質が反応して所望の被膜物質となる温度に等しいかあるいはそれより高い温度であるべきである。

必要ならば、酸化ガスが気化された被膜用先駆物質を含むキャリアガスとは別個に流動層に導入される。適当な酸化ガスの例は空気あるいは酸素である。酸化ガスは希釈不活性ガスと混合されてもよい。

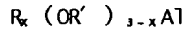
被膜の厚さはプロセスが実行されている時間の長さ、蒸発源の温度、蒸発源を通る流量、およびけい光物質の表面積に依存する。

この方法が適用できるけい光物質被膜用物質の例として金属または非金属の酸化物がある。好ましい被覆用物質は酸化アルミニウムあるいは酸化イットリウムのような耐火性酸化物である。本発明の方法において被膜用先駆物質として使用するのに適した化合物または化学組成物は揮発性でなければならない。本発明方法の条件下で揮発性である金属または非金属の所望の酸化物の被膜物質

5

の有機およびアルコキシシド化合物は本発明において被膜用先駆物質として使用できる。金属の所望の酸化物の被膜物質のアセチルアセトネートもまた、本発明方法において先駆物質として使用できる。

例えば、ある適当な酸化アルミニウム先駆物質は次の一般式によつて表わされる。



ここで  $0 \leq x \leq 3$  でありかつ  $x$  は整数であり、 $R$  および  $R'$  は  $-CH_3$ 、 $-C_2H_5$ 、 $-C_3H_7$ 、あるいは  $-C_4H_9$  のような低級アルキル基である。適当な酸化イットリウム先駆物質の例は次の一般式によつて表わされる。



ここで  $0 \leq x \leq 3$  でありかつ  $x$  は整数であり、 $R$  および  $R'$  は  $-CH_3$ 、 $-C_2H_5$ 、 $-C_3H_7$ 、 $-C_4H_9$ 、あるいは  $-C_5H_{11}$  のような低級アルキル基である。

酸化アルミニウムあるいは酸化イットリウムの被膜に対する適当な被膜用先駆物質の例を上記したが、これは必ずしも限定と解釈するべきではない。本方法の条件下で不活性キヤリヤガス中に蒸発させることができるアルミニウムあるいはイットリウムのアルキル、アルコキシ、  
 だるいはアセチルアセトネートの任意の化合物が酸化アルミニウム被膜あるいは酸化イットリウム被膜に対する被膜用先駆物質として使用できる。

アルコキシシドあるいはアセチルアセトネートのような酸素含有被膜用先駆物質が本発明方法において使用されるときには、酸化ガスの使用は随意である。

本発明の流動層・化学蒸着被覆方法を実現するためには、けい光物質粉末粒子は流動化され得る性質を有さねばならない。約20ないし80ミクロンおよびそれより大きい平均粒子寸法範囲のけい光物質粉末は殆んどあるいは全く困難なく流動化できる。しかしながら、微細けい光物質粉末、すなわち、平均粒子寸法が約20ミクロンより小さい粒子のけい光物質粉末、を流動化することは困難である。微細けい光物質粉末の粒子を流動化するのが困難なのは凝集（アグロメレーション）ならびに凝集物間にブリッジングを生じさせる粒子間の付着力に起因する。このような凝集ならびに凝集物のブリッジングは通常、流動層中にチャネルを形成し、気体が粒子を流動化することなしにこのチャネルを通過するようになる。これら状況のもとでは粉末層は殆んどまたは全く膨張しない。

ゲルダート・クラシフィケーション・スケール（Geldart Classification Scale）の「C」クラス内に入るクールホワイト（冷白色）のハロリン酸塩けい光物質のような微細けい光物質粉末の粒子は流動化でき、本発明の方法によつて被覆できる。本発明の方法において微細けい光物質粉末の粒子を流動化するためには、けい光物質に関して約1重量パーセントまでの少量の流動化助剤をけい光物質粉末と混合して均質な混合物を形成すべきである。けい光物質に関して約0.05重量パーセントより少

6

ないまたは等しい量の流動化助剤を使用することが好ましい。適当な流動化助剤として小粒子の酸化アルミニウム、例えば酸化アルミニウムC（ここで酸化アルミニウムCとは、デグッサ（DeGussa）・インコーポレイテッドから入照できるアルミナ微粒子の商標名である。）、あるいは小粒子のシリカがある。微細けい光物質粉末の流動化はキヤリヤガス流中に浮遊するけい光物質粉末粒子をさらに攪拌することによつても達成できる。この追加の攪拌は機械的攪拌機のような種々の攪拌手段、好ましくは高速度振動式ミキサー、によつて達成できる。本発明の好ましい実施例においては、けい光物質粉末を流動化しかつ流動層の膨張を増大するために流動化助剤および追加の攪拌の両方が一緒に使用される。本発明の方法において使用するのに適した流動層反応器の概略図が第1図に示されている。

第1図において、供給管11は不活性キヤリヤガスをステンレススチールのバブラー12中に搬送する。バブラー12は揮発可能な被膜用先駆物質を通常は液体の状態で含んでいる。このバブラー12において、被膜用先駆物質はキヤリヤガス中に蒸発される。先駆物質を含むこのキヤリヤガスは適当な濃度の反応体を提供するように希釈することができる。蒸発された被膜用先駆物質を含むキヤリヤガスは接続管路13を介して石英ガラス反応管15の基部中に搬送される。被膜用先駆物質を含むキヤリヤガスはけい光物質粒子の流動層16を支持するために使用される反応管15内の石英フリット14中を通過する。また、反応管15内には振動ミキサー17が配置されている。振動円板19の近傍の振動ミキサー17のシャフトに円周方向に一連の孔18が形成されており、これら孔18を通つて酸化ガスが不活性希釈ガスとともに、または不活性希釈ガスないし反応管15に入る。石英ガラス反応管15は炉20によつて取囲まれている。

不活性ガスをバブラー12中に搬送する供給管路11および揮発可能な被膜用先駆物質を液体状態で含むバブラー12は両方とも、先駆物質の不活性キヤリヤガス中への蒸発を容易にする温度に加熱される。この蒸気含有ガス流を石英ガラス反応管15へ搬送する接続管路13は供給管路11およびバブラー12の温度より高い温度に加熱され、先駆物質がバブラー12から反応管15へ搬送されるときにこの先駆物質を蒸気状態に維持している。

本発明の好ましい実施例の重要な特徴は流動層をある温度勾配に保持することである。反応管のフリット領域は被膜用先駆物質が分解する温度よりも低い温度に加熱され、かつ保持される。流動層の底部に位置付けされた反応管のこの領域は流動層が保持される温度勾配の最低の温度を有する。先駆物質を不活性キヤリヤガス流を通じて流動層中に導入することによつておよびフリット領域を先駆物質の分解温度（温度勾配の最高温度よりも低い）より低い温度に保持することによつて、流動層における各けい光物質粒子の外表面は被膜用先駆物質の蒸気

によつて包囲される。被膜用先駆物質を不活性キヤリヤガスを通じて反応管へ導入することにより、先駆物質の所望の被膜物質への、または不所望な副産物への早期反応の問題が除去される。早期反応はバブラー12から反応管15への接続管路13のフリット14の下側に、あるいはフリットそれ自体の多孔性開口に、実際の被膜物質または副産物を形成する。さらに、早期反応はフリットの閉塞および被覆プロセスの中断を生じさせる可能性がある。フリット領域における先駆物質の分解の問題は先駆物質が熱分解する温度より低い温度にこのフリット領域を保持することによつてさけられる。酸素を含まない先駆物質、例えばアルキル化合物、が分解すると、被覆されたけい光物質に物体色が付与され、かつまた、あるいはけい光物質被膜中に炭素汚染物の取り込みが生じる。この汚染物はけい光物質の励起放射線および、または電子放射線を吸収する。

本発明の方法においては、必要なときに、酸化ガスがキヤリヤガスとは別個に流動層中へ導入される。この酸化ガスは不活性ガスで希釈されても、されなくてもよい。酸化ガスは最高温度より低い最低温度より高い温度で流動層中に導入されることが好ましい。酸化ガスは、被膜用先駆物質が酸化ガスの存在下で化学変化を受ける温度より低い温度勾配の点で流動層中に導入されることが最も好ましい。これは炭素ならびに他の炭素含有化合物による被膜物質の汚染を最小にする。

温度勾配の最高温度はけい光物質粒子の外表面を取囲む被膜用先駆物質が反応して所望の被膜物質を形成するように十分に高くなければならない。先駆物質の蒸気がけい光物質粒子表面を包囲した後で先駆物質を反応させることによつて、被膜は連続し、すなわち被膜は微細は微細な粉末の個々の粒子よりなるものではなくて高度の共形の被膜となり、けい光物質粒子基質に自然に生じる1ミクロンよりも小さいサブミクロンの特徴(凹凸)を写し取っている。この被膜は非晶質である。

以下は本発明の好ましい実施例の方法による被覆されたけい光物質粉末粒子の製法の代表例であるが、必ずしも限定するものと解釈するべきではない。

#### 実施例 I

この例では、クールホワイトのハロリン酸アルカリ土類金属けい光物質の粉末粒子が本発明の方法によつて第1図に例示した装置を使用して酸化アルミニウムで被覆された。内径約4.0cm

( 1  $\frac{5}{8}$  インチ )

の流動層がこの方法では使用された。

200gのハロリン酸カルシウムけい光物質粉末(ジーティーイー・プロダクツ・コーポレイションのケミカル・アンド・メタラージカル・ディビジョンから得られるクール・ホワイトNo.4459)およびデグツサ(Degussa)・インコーポレイテッドから入手できる0.1g(0.05重量%)

の酸化アルミニウムC、すなわち流動化助剤、がポリエチレンのジャー内で乾式配合され、酸化アルミニウムCの助剤がハロリン酸アルカリ土類金属粉末の全体に均一に分散したものを得た。ハロリン酸塩けい光物質粉末と流動化助剤の混合物は石英ガラス反応管15に供給されてけい光物質の流動層を形成した。液体のトリメチルアルミニウムがステンレススチールのバブラー12内で被膜用先駆物質として使用された。キヤリヤガスはトリメチルアルミニウムの液体中で気泡となり、蒸発されたトリメチルアルミニウムを含有するキヤリヤガスとなった。この蒸発されたトリメチルアルミニウムを含有するキヤリヤガスは不活性ガスで希釈され、その後接続管路13を通じて石英ガラス反応管15に搬送された。窒素で希釈された酸素ガスは振動円板19の上部の振動ミキサー17のシャフトに円周方向に位置付けされた孔18を通じて流動層中に搬送された。振動ミキサー17は60サイクル/分の速度で作動された。フリット上に固体物質のケーシングが形成されることをさけるためにフリット領域から十分に離れている振動円板の上部に位置付けされた1つまたはそれ以上の孔を通じて流動層中に酸素を導入することによつて、フリットの開口での先駆物質の反応を除去し、かつフリットの開口の閉塞を防止した。

バブラー12に至る窒素ガス供給管路11およびバブラー12は両方とも30°Cの温度に加熱されかつ維持された。バブラー12から出て石英ガラス反応管15の底部に至る管路13は約45°Cの温度に加熱され、かつ維持された。

炉20は抵抗加熱3区分炉である。フリット領域は約60°Cないし約150°Cの温度に保持された。振動円板の上部に位置付けされた酸化ガス入口領域は約400°Cの温度に加熱されかつ保持された。そしてこの酸化ガス入口領域の上部の領域は、450°Cまたはそれ以上の任意の温度が使用できるけれど、約650°Cの温度に加熱され、かつ保持された。

約100cc/分の窒素流がバブラー12中を通され、また蒸発されたトリメチルアルミニウムを含有する窒素ガス(約700mq/時搬送する)は約450cc/分の流量で管路13を介して反応管15に通された。窒素で希釈された酸素ガス流は第2の反応管路21を通じて約450cc/分の流量で反応管に送られた。酸素対アルキルの濃度比は本発明方法によつて形成された被覆粒子の物体色に影響を与えることが観察された。約200対1の $Q_2$ 対トリメチルアルミニウムの濃度比がこの反応中、白の物体色を得るために保持された。(約200対1より低い比は貧弱な、または白でない物体色を生じ得る。)

このプロセスは6時間の間続けられ、約150Åの厚さの酸化アルミニウムの被膜がけい光物質粒子に形成された。

ハロリン酸アルカリ土類金属の酸化アルミニウムで被覆された粒子は反応管から移された。

この実施例の被覆されたけい光物質粒子の電子顕微鏡検

査によれば、クールホワイトハロリン酸アルカリ土類金属けい光物質粒子上に酸化アルミニウムの滑らかな共形の被覆が観察された。この実施例におけるけい光物質粒子に被覆された被膜の連続するかつ共形の態様はけい光物質基質のサブミクロンの特徴の写し取りによつて立証された。しかしながら、被覆された粒子のサブミクロンの特徴は被覆されない粒子のサブミクロンの特徴と比較すると、可視的には目立たない。この被膜は反射電子回\*

$$\% \text{ 被覆} = \left[ 1 - \left( \frac{I_{Ca \text{ 被覆}}}{I_{Ca \text{ 未被覆}}} \right) \right] \times 100$$

#### 実施例II

この実施例では、クールホワイトのハロリン酸アルカリ土類金属けい光物質の粉末粒子が実施例Iで記載した装置を使用して本発明の方法により酸化アルミニウムで被覆された。300qのハロリン酸カルシウムけい光物質粉末（ジーティーイープロダクツ・コーポレイションのケミカル・アンド・メタラージカル・ディビジョンから得られるクール・ホワイトNo.4459）およびデグツサ（Degussa）・インコーポレイテッドから入手できる0.15q（0.05重量%）の酸化アルミニウムC、すなわち流動化助剤、がポリエチレンのジャー内で乾式配合され、酸化アルミニウムCの助剤がハロリン酸アルカリ土類金属粉末の全体に均一に分散したものを得た。ハロリン酸塩けい光物質粉末と流動化助剤の混合物は石英ガラス反応管15に供給されてけい光物質の流動層を形成した。流体のトリメチルアルミニウムがステンレススチールのバブラー12内で被膜用先駆物質として使用された。キヤリヤガスはトリメチルアルミニウムの液体中で気泡となり、蒸発されたトリメチルアルミニウムを含有するキヤリヤガスとなつた。この蒸発されたトリメチルアルミニウムを含有するキヤリヤガスは接続管路13を通じて石英ガラス反応管15に搬送された。窒素で希釈された酸素ガスは振動円板19の上部の振動ミキサー17のシャフトに円周方向に位置付けされた孔18を通じて流動層中に搬送された。振動ミキサー17は60サイクル/分の速度で作動された。バブラー12に至る窒素ガス供給管路11およびバブラー12は両方とも30℃の温度に加熱されかつ維持された。バブラー12から出て石英ガラス反応管15の底部に至る管路13は約45℃の温度に加熱され、かつ維持された。反応管のフリット領域は約60℃ないし約150℃の温度に保持された。振動円板の上部に位置付けされた酸化ガス入口領域は約400℃の温度に加熱されかつ保持された。そしてこの酸化ガス入口領域の上部の領域は約550℃の温度に加熱され、かつ保持された。

約100cc/分の窒素流がバブラー12中を通され、また蒸発されたトリメチルアルミニウムを含有する窒素ガスは窒素キヤリヤガスによつて約550cc/分の流量で反応管15に搬送された。窒素ガスで希釈された酸素ガス流は第2の

\* 折技術によつて非晶質であることが分つた。

被覆された粒子表面のオージェ分析（かかるオージェ分析では、オージェ電子が粒子を運動させるのに使用され、粒子表面が検査できる）の結果、分析の限界（99.8%）内で酸化アルミニウムによる完全な表面被覆が、次式を使用してハロリン酸アルカリ土類金属けい光物質のカルシウムのピーク・ピーク高さの減衰に基づいて、達成されていることが示された。

搬送管路21を通じて反応管に送られた。酸素の流量は約495cc/分であり、窒素希釈剤の流量は約50cc/分であつた。約200対1のO<sub>2</sub>対トリメチルアルミニウムの濃度比がこの反応中、白の物体色を得るために保持された。このプロセスは6時間の間続けられ、約100Åの厚さの酸化アルミニウムの被膜がけい光物質粒子に形成された。

20 この実施例の被覆されたけい光物質粒子の電子顕微鏡検査によれば、クールホワイトのハロリン酸アルカリ土類金属けい光物質粒子上に酸化アルミニウムの滑らかな共形の被膜が観察された。この実施例におけるけい光物質粒子に被覆された被膜の連続するかつ共形の形態はけい光物質基質のサブミクロンの特徴の写し取りによつて立証された。しかしながら、被覆された粒子のサブミクロンの特徴は被覆されない粒子のサブミクロンの特徴と比較すると、可視的には目立たない。

#### 実施例III

30 この実施例では、クールホワイトのハロリン酸アルカリ土類金属けい光物質の粉末粒子が実施例Iで記載した装置を使用して本発明の方法により酸化アルミニウムで被覆された。300qのハロリン酸カルシウムけい光物質粉末（ジーティーイープロダクツ・コーポレイションのケミカル・アンド・メタラージカル・ディビジョンから得られるクール・ホワイトNo.4459）およびデグツサ（Degussa）・インコーポレイテッドから入手できる0.15q（0.05重量%）の酸化アルミニウムC、すなわち流動化助剤、がポリエチレンのジャー内で乾式配合され、酸化アルミニウムCの助剤がハロリン酸アルカリ土類金属粉末の全体に均一に分散したものを得た。ハロリン酸塩けい光物質粉末と流動化助剤の混合物は石英ガラス反応管15に供給されてけい光物質の流動層を形成した。液体のトリメチルアルミニウムがステンレススチールのバブラー12内で被膜用先駆物質として使用された。キヤリヤガスはトリメチルアルミニウムの液体中で気泡となり、蒸発されたトリメチルアルミニウムを含有するキヤリヤガスとなつた。この蒸発されたトリメチルアルミニウムを含有するキヤリヤガスは接続管路13を通じて石英ガラス反応管15に搬送された。窒素で希釈された酸素ガスは振動

11

ミキサー17のシャフトに位置付けされた孔18を通じて流動層中に搬送された。振動ミキサー17は60サイクル/分の速度で作動された。

バブラー12に至る窒素ガス供給管路11およびバブラー12は両方とも30°Cの温度に加熱されかつ維持された。バブラー12から出て石英ガラス反応管15の底部に至る管路13は約45°Cの温度に加熱され、かつ維持された。

反応管のフリット領域は約60°Cないし約150°Cの温度に保持された。振動円板の上部に位置付けされた酸化ガス入口領域は約400°Cの温度に加熱されかつ保持された。そしてこの酸化ガス入口領域の上部の領域は約550°Cの温度に加熱され、かつ保持された。

約150cc/分の窒素流がバブラー12中を通され、また蒸発されたトリメチルアルミニウムを含有する窒素ガスは窒素キヤリヤガスによつて約500cc/分の流量で反応管15に搬送された。窒素ガスで希釈された酸素ガス流は第2の搬送管路21を通じて反応管に送られた。酸素の流量は約495cc/分であり、窒素希釈剤の流量は約50cc/分であつた。約200対1の $Q_2$ 対トリメチルアルミニウムの濃度比がこの反応中、白の物体色を得るために保持された。このプロセスは4時間の間続けられ、約100Åの厚さの酸化アルミニウムの被膜がけい光物質粒子に形成された。

この実施例の被覆されたけい光物質粒子の電子顕微鏡検査によれば、クールホワイトのハロリン酸アルカリ土類金属けい光物質粒子上に酸化アルミニウムの滑らかな共形の被膜が観察された。この実施例におけるけい光物質粒子に被着された被膜の連続するかつ共形の形態はけい光物質基質のサブミクロンの特徴の写し取りによつて立証された。しかしながら、被覆された粒子のサブミクロンの特徴は被覆されない粒子のサブミクロンの特徴と比較すると、可視的には目立たない。

#### 実施例IV

この実施例では、クールホワイトのハロリン酸アルカリ土類金属けい光物質の粉末粒子が実施例Iで記載した装置を使用して本発明の方法により酸化アルミニウムで被覆された。300gのハロリン酸カルシウムけい光物質粉末（ジーティーイープロダクツ・コーポレイションのケミカル・アンド・メタラージカル・ディビジョンから得られるクール・ホワイトNo.4459）およびデグツサ（Degussa）・インコーポレイテッドから入手できる0.15g（0.05重量％）の酸化アルミニウムC、すなわち流動化助剤、がポリエチレンのジャー内で乾式配合され、酸化アルミニウムCの助剤がハロリン酸アルカリ土類金属粉末の全体に均一に分散したものを得た。ハロリン酸塩けい光物質粉末と流動化助剤の混合物は石英ガラス反応管15に供給されてけい光物質の流動層を形成した。液体のトリメチルアルミニウムがステンレススチールのバブラー12内で被膜用先駆物質として使用された。キヤリヤガスはトリメチルアルミニウムの液体中で気泡となり、蒸発

12

されたトリメチルアルミニウムを含有するキヤリヤガスとなつた。この蒸発されたトリメチルアルミニウムを含有するキヤリヤガスは接続管路13を通じて石英ガラス反応管15に搬送された。窒素で希釈された酸素ガスは振動ミキサー17のシャフトに位置付けされた孔18を通じて流動層中に搬送された。振動ミキサー17は60サイクル/分の速度で作動された。

バブラー12に至る窒素ガス供給管路11およびバブラー12は両方とも30°Cの温度に加熱されかつ維持された。バブラー12から出て石英ガラス反応管15の底部に至る管路13は約45°Cの温度に加熱され、かつ維持された。

反応管のフリット領域は約60°Cないし約150°Cの温度に保持された。振動円板の上部に位置付けされた酸化ガス入口領域は約400°Cの温度に加熱されかつ保持された。そしてこの酸化ガス入口領域の上部の領域は約550°Cの温度に加熱され、かつ保持された。

約100cc/分の窒素流がバブラー12中を通され、また蒸発されたトリメチルアルミニウムを含有する窒素ガスは窒素キヤリヤガスによつて約550cc/分の流量で反応管15に搬送された。窒素ガスで希釈された酸素ガス流は第2の搬送管路21を通じて反応管に送られた。酸素の流量は約495cc/分であり、窒素希釈剤の流量は約50cc/分であつた。約200対1の $Q_2$ 対トリメチルアルミニウムの濃度比がこの反応中、白の物体色を得るために保持された。このプロセスは9時間の間続けられ、約150Åの厚さの酸化アルミニウムの被膜がけい光物質粒子に形成された。

この実施例の被覆されたけい光物質粒子の電子顕微鏡検査によれば、クールホワイトハロリン酸アルカリ土類金属けい光物質粒子上に酸化アルミニウムの滑らかな共形の被膜が観察された。この実施例におけるけい光物質粒子に被着された被膜の連続するかつ共形の形態はけい光物質基質のサブミクロンの特徴の写し取りによつて立証された。しかしながら、被覆された粒子のサブミクロンの特徴は被覆されない粒子のサブミクロンの特徴と比較すると、可視的には目立たない。

#### 実施例V

この実施例では、クールホワイトのハロリン酸アルカリ土類金属けい光物質の粉末粒子が実施例Iで記載した装置を使用して本発明の方法により酸化アルミニウムで被覆された。300gのハロリン酸カルシウムけい光物質粉末（ジーティーイープロダクツ・コーポレイションのケミカル・アンド・メタラージカル・ディビジョンから得られるクール・ホワイトNo.4459）およびデグツサ（Degussa）・インコーポレイテッドから入手できる0.15g（0.05重量％）の酸化アルミニウムC、すなわち流動化助剤、がポリエチレンのジャー内で乾式配合され、酸化アルミニウムCの助剤がハロリン酸アルカリ土類金属粉末の全体に均一に分散したものを得た。ハロリン酸塩けい光物質粉末と流動化助剤の混合物は石英ガラス反応管15

13

に供給されてけい光物質の流動層を形成した。液体のトリメチルアルミニウムがステンレススチールのバブラー12内で被膜用先駆物質として使用された。キヤリヤガスはトリメチルアルミニウムの液体中で気泡となり、蒸発されたトリメチルアルミニウムを含有するキヤリヤガスとなった。この蒸発されたトリメチルアルミニウムを含有するキヤリヤガスは接続管路13を通じて石英ガラス反応管15に搬送された。窒素で希釈された酸素ガスは振動ミキサー17のシャフトに位置付けされた孔18を通じて流動層中に搬送された。振動ミキサー17は60サイクル/分の速度で作動された。

バブラー12に至る窒素ガス供給管路11およびバブラー12は両方とも30°Cの温度に加熱されかつ維持された。バブラー12から出て石英ガラス反応管15の底部に至る管路13は約45°Cの温度に加熱され、かつ維持された。

反応管のフリット領域は約60°Cないし約150°Cの温度に保持された。振動円板の上部に位置付けされた酸化ガス入口領域は約400°Cの温度に加熱されかつ保持された。そしてこの酸化ガス入口領域の上部の領域は約550°Cの温度に加熱され、かつ保持された。

約150cc/分の窒素流がバブラー12中を通され、また蒸発されたトリメチルアルミニウムを含有する窒素ガスは窒素キヤリヤガスによつて約550cc/分の流量で反応管15に搬送された。窒素ガスで希釈された酸素ガス流は第2の搬送管路21を通じて反応管に送られた。酸素の流量は約495cc/分であり、窒素希釈剤の流量は約50cc/分であつた。約200対1のQ<sub>2</sub>対トリメチルアルミニウムの濃度比がこの反応中、白の物体色を得るために保持された。このプロセスは9時間の間続けられ、約150Åの厚さの酸化アルミニウムの被膜がけい光物質粒子に形成された。

この実施例の被覆されたけい光物質粒子の電子顕微鏡検査によれば、クールホワイトのハロリン酸アルカリ土類金属けい光物質粒子上に酸化アルミニウムの滑らかな共形の被膜が観察された。この実施例におけるけい光物質粒子に被着された被膜の連続するかつ共形の形態はけい光物質基質のサブミクロンの特徴の写し取りによつて立証された。しかしながら、被覆された粒子のサブミクロンの特徴は被覆されない粒子のサブミクロンの特徴と比較すると、可視的には目立たない。

#### 実施例VI

この実施例では、クールホワイトのハロリン酸アルカリ土類金属けい光物質の粉末粒子が実施例Iで記載した装置を使用して本発明の方法により酸化アルミニウムで被覆された。300gのハロリン酸カルシウムけい光物質粉末（ジーティーイープロダクツ・コーポレイションのケミカル・アンド・メタラージカル・ディビジョンから得られるクール・ホワイトNo.4459）およびデグツサ（Degussa）・インコーポレイテッドから入手できる0.15g（0.05重量%）の酸化アルミニウムC、すなわち流動化

14

助剤、がポリエチレンのジヤー内で乾式配合され、酸化アルミニウムCの助剤がハロリン酸アルカリ土類金属粉末の全体に均一に分散したものを得た。ハロリン酸塩けい光物質粉末と流動化助剤の混合物は石英ガラス反応管15に供給されてけい光物質の流動層を形成した。液体のトリメチルアルミニウムがステンレススチールのバブラー12内で被膜用先駆物質として使用された。キヤリヤガスはトリメチルアルミニウムの液体中で気泡となり、蒸発されたトリメチルアルミニウムを含有するキヤリヤガスとなった。この蒸発されたトリメチルアルミニウムを含有するキヤリヤガスは接続管路13を通じて石英ガラス反応管15に搬送された。窒素で希釈された酸素ガスは振動ミキサー17のシャフトに位置付けされた孔18を通じて流動層中に搬送された。振動ミキサー17は60サイクル/分の速度で作動された。

バブラー12に至る窒素ガス供給管路11およびバブラー12は両方とも30°Cの温度に加熱されかつ維持された。バブラー12から出て石英ガラス反応管15の底部に至る管路13は約45°Cの温度に加熱され、かつ維持された。

20 反応管のフリット領域は約60°Cないし約150°Cの温度に保持された。振動円板の上部に位置付けされた酸化ガス入口領域は約400°Cの温度に加熱されかつ保持された。そしてこの酸化ガス入口領域の上部の領域は約550°Cの温度に加熱され、かつ保持された。

約150cc/分の窒素流がバブラー12中を通され、また蒸発されたトリメチルアルミニウムを含有する窒素ガスは窒素キヤリヤガスによつて約500cc/分の流量で反応管15に搬送された。窒素ガスで希釈された酸素ガス流は第2の搬送管路21を通じて反応管に送られた。酸素の流量は約495cc/分であり、窒素希釈剤の流量は約50cc/分であつた。約200対1のQ<sub>2</sub>対トリメチルアルミニウムの濃度比がこの反応中、白の物体色を得るために保持された。このプロセスは8時間の間続けられ、約200Åの厚さの酸化アルミニウムの被膜がけい光物質粒子に形成された。

この実施例の被覆されたけい光物質粒子の電子顕微鏡検査によれば、クールホワイトのハロリン酸アルカリ土類金属けい光物質粒子上に酸化アルミニウムの滑らかな共形の被膜が観察された。この実施例におけるけい光物質粒子に被着された被膜の連続するかつ共形の形態はけい光物質基質のサブミクロンの特徴の写し取りによつて立証された。しかしながら、被覆された粒子のサブミクロンの特徴は被覆されない粒子のサブミクロンの特徴と比較すると、可視的には目立たない。

#### 実施例VII

この実施例では、クールホワイトのハロリン酸アルカリ土類金属けい光物質の粉末粒子が実施例Iで記載した装置を使用して本発明の方法により酸化アルミニウムで被覆された。300gのハロリン酸カルシウムけい光物質粉末（ジーティーイープロダクツ・コーポレイションのケミ

50

カル・アンド・メタラージカル・デイビジョンから得られるクール・ホワイトNo.4459)およびデグツサ(Degussa)・インコーポレイテッドから入手できる0.15g(0.05重量%)の酸化アルミニウムC、すなわち流動化助剤、がポリエチレンのジヤー内で乾式配合され、酸化アルミニウムCの助剤がハロリン酸アルカリ土類金属粉末の全体に均一に分散したものを得た。ハロリン酸塩けい光物質粉末と流動化助剤の混合物は石英ガラス反応管15に供給されてけい光物質の流動層を形成した。液体のトリメチルアルミニウムがステンレススチールのバブラー12内で被膜用先駆物質として使用された。キヤリヤガスはトリメチルアルミニウムの液体中で気泡となり、蒸発されたトリメチルアルミニウムを含有するキヤリヤガスとなつた。この蒸発されたトリメチルアルミニウムを含有するキヤリヤガスは接続管路13を通じて石英ガラス反応管15に搬送された。窒素で希釈された酸素ガスは振動ミキサー17のシャフトに位置付けされた孔18を通じて流動層中に搬送される。振動ミキサー17は60サイクル/分の速度で作動された。

バブラー12に至る窒素ガス供給管路11およびバブラー12は両方とも30°Cの温度に加熱されかつ維持された。バブラー12から出て石英ガラス反応管15の底部に至る管路13は約45°Cの温度に加熱され、かつ維持された。

反応管のフリット領域は約60°Cないし約150°Cの温度に保持された。振動円板の上部に位置付けされた酸化ガス入口領域は約400°Cの温度に加熱されかつ保持された。そしてこの酸化ガス入口領域の上部の領域は約550°Cの温度に加熱され、かつ保持された。

約150cc/分の窒素流がバブラー12中を通され、また蒸発されたトリメチルアルミニウムを含有する窒素ガスは窒素キヤリヤガスによつて約500cc/分の流量で反応管15に搬送された。窒素ガスで希釈された酸素ガス流は第2の搬送管路21を通じて反応管に送られた。酸素の流量は約495cc/分であり、窒素希釈剤の流量は約50cc/分であつた。約200対1のO<sub>2</sub>対トリメチルアルミニウムの濃度比がこの反応中、白の物体色を得るために保持された。このプロセスは12時間の間続けられ、約300Åの厚さの酸化アルミニウムの被膜がけい光物質粒子に形成された。

この実施例の被覆されたけい光物質粒子の電子顕微鏡検査によれば、クールホワイトのハロリン酸アルカリ土類金属けい光物質粒子上に酸化アルミニウムの滑らかな共形の被膜が観察された。この実施例におけるけい光物質粒子に被着された被膜の連続するかつ共形の態様はけい光物質基質のサブミクロンの特徴の写し取りによつて立証された。しかしながら、被覆された粒子のサブミクロンの特徴は被覆されない粒子のサブミクロンの特徴と比較すると、可視的には目立たない。

#### 実施例VIII

この実施例では、クールホワイトのハロリン酸アルカリ

土類金属けい光物質の粉末粒子が実施例Iで記載した装置を使用して本発明の方法により酸化アルミニウムで被覆された。300gのハロリン酸カルシウムけい光物質粉末(ジーティーイープロダクツ・コーポレイションのケミカル・アンド・メタラージカル・デイビジョンから得られるクール・ホワイトNo.4459)およびデグツサ(Degussa)・インコーポレイテッドから入手できる0.15g(0.05重量%)の酸化アルミニウムC、すなわち流動化助剤、がポリエチレンのジヤー内で乾式配合され、酸化アルミニウムCの助剤がハロリン酸アルカリ土類金属粉末の全体に均一に分散したものを得た。ハロリン酸塩けい光物質粉末と流動化助剤の混合物は石英ガラス反応管15に供給されてけい光物質の流動層を形成した。液体のトリメチルアルミニウムがステンレススチールのバブラー12内で被膜用先駆物質として使用された。キヤリヤガスはトリメチルアルミニウムの液体中で気泡となり、蒸発されたトリメチルアルミニウムを含有するキヤリヤガスとなつた。この蒸発されたトリメチルアルミニウムを含有するキヤリヤガスは接続管路13を通じて石英ガラス反応管15に搬送された。窒素で希釈された酸素ガスは振動ミキサー17のシャフトに位置付けされた孔18を通じて流動層中に搬送された。振動ミキサー17は60サイクル/分の速度で作動された。

バブラー12に至る窒素ガス供給管路11およびバブラー12は両方とも30°Cの温度に加熱されかつ維持された。バブラー12から出て石英ガラス反応管15の底部に至る管路13は約45°Cの温度に加熱され、かつ維持された。

反応管のフリット領域は約60°Cないし約150°Cの温度に保持された。振動円板の上部に位置付けされた酸化ガス入口領域は約400°Cの温度に加熱されかつ保持された。そしてこの酸化ガス入口領域の上部の領域は約550°Cの温度に加熱され、かつ保持された。

約200cc/分の窒素流がバブラー12中を通され、また蒸発されたトリメチルアルミニウムを含有する窒素ガスは窒素キヤリヤガスによつて約450cc/分の流量で反応管15に搬送された。窒素ガスで希釈された酸素ガス流は第2の搬送管路21を通じて反応管に送られた。酸素の流量は496cc/分であり、窒素希釈剤の流量は約50cc/分であつた。約200対1のO<sub>2</sub>対トリメチルアルミニウムの濃度比がこの反応中、白の物体色を得るために保持された。このプロセスは12時間の間続けられ、約300Åの厚さの酸化アルミニウムの被膜がけい光物質粒子に形成された。

この実施例の被覆されたけい光物質粒子の電子顕微鏡検査によれば、クールホワイトのハロリン酸アルカリ土類金属けい光物質粒子上に酸化アルミニウムの滑らかな共形の被膜が観察された。この実施例におけるけい光物質粒子に被着された被膜の連続するかつ共形の態様はけい光物質基質のサブミクロンの特徴の写し取りによつて立証された。しかしながら、被覆された粒子のサブミクロ



ンの特徴は被覆されない粒子のサブミクロンの特徴と比較すると、可視的には目立たない。

被覆されないクールホワイトのけい光物質粒子、0.05重量%の酸化アルミニウムCと機械的に混合された被覆されないクールホワイトのけい光物質粒子、および本発明の方法によつてアルミナで種々の被膜厚に被覆されたクールホワイトのけい光物質粒子のSEM（走査電子顕微鏡）顕微鏡写真が比較された。これら顕微鏡写真によれば、被膜厚が150Åより増大すると、けい光物質粒子の酸化アルミニウムC粒子が粉末の調製中に付着した部分にアルミナ被膜の優先生長が目立つことが確認された。この効果は被膜厚が増大すればするほどますます目立つようになる。また、表面組織は超高解像度（50,000～100,000倍）のSEM解析によれば被膜厚の増大にともなつて目立たなくなる。

#### 実施例IX

この実施例では、クールホワイトのハロリン酸アルカリ土類金属けい光物質の粉末粒子が実施例Iで記載した装置を使用して本発明の方法により酸化アルミニウムで被覆された。200gのハロリン酸カルシウムけい光物質粉末（ジーティーイー・プロダクツ・コーポレイションのケミカル・アンド・メタラージカル・ディビジョンから得られるクール・ホワイトNo.4459）が流動化助剤なしに石英ガラス反応管に供給されてけい光物質の流動層を形成した。液体のトリメチルアルミニウムがステンレスチールのバブラー内で被膜用先駆物質として使用された。キヤリヤガスはトリメチルアルミニウムの液体中で気泡となり、蒸発されたトリメチルアルミニウムを含有するキヤリヤガスとなつた。この蒸発されたトリメチルアルミニウムを含有するキヤリヤガスは接続管路を通じて石英ガラス反応管に搬送された。窒素で希釈された酸素ガスは振動ミキサーのシャフトに位置付けされた孔を通じて流動層中に搬送された。振動ミキサーは60サイクル/分の速度で作動された。バブラーに至る窒素ガス供給管路およびバブラーは両方とも30°Cの温度に加熱されかつ維持された。バブラーから出て石英ガラス反応管の底部に至る管路は約45°Cの温\*

\* 度に加熱されかつ維持された。

反応管のフリット領域は約60°Cないし約150°Cの温度に保持された。振動円板の上部に位置付けされた酸化ガス入口領域は約400°Cの温度に加熱されかつ保持された。そしてこの酸化ガス入口領域の上部の領域は約550°Cの温度に加熱され、かつ保持された。

約100cc/分の窒素流がバブラー中を通され、また蒸発されたトリメチルアルミニウムを含有する窒素ガスは窒素キヤリヤガスによつて約450cc/分の流量で反応管に搬送された。窒素ガスで希釈された酸素ガス流は第2の搬送管路を通じて反応管に送られた。酸素の流量は約496cc/分であり、窒素希釈剤の流量は約50cc/分であつた。約200対1のO<sub>2</sub>対トリメチルアルミニウムの濃度比がこの反応中保持された。

このプロセスは

### 6 $\frac{1}{4}$ 時間

の間続けられ、約160Åの厚さの酸化アルミニウムの被膜がけい光物質粒子に形成された。

この実施例に被覆されたけい光物質粒子の電子顕微鏡検査によれば、クールホワイトのハロリン酸アルカリ土類金属けい光物質粒子上に酸化アルミニウムの滑らかな共形の被膜が観察された。この実施例におけるけい光物質粒子に被着された被膜の連続するかつ共形の太陽はけい光物質基質のサブミクロンの特徴の写し取りによつて立証された。しかしながら、被覆された粒子のサブミクロンの特徴は被覆されない粒子のサブミクロンの特徴と比較すると、可視的には目立たない。

被覆された粒子表面のオーージェ分析の結果、完全な表面被覆が形成されていることが確認された。

しかしながら、流動化助剤を使用しないで被覆されたけい光物質粒子は純白でない物体色を呈し、輝度に損失をもたらすことが観察された。この不十分な物体色は流動化助剤がないために流動層の膨脹が最大とはならず、流動層中を先駆物質が十分に循環しないためである。

前述の各実施例で示された被膜厚は次式を使用して計算された。

$$t \text{ 被膜/時} = \frac{g \text{ Al}_2\text{O}_3 / \text{時}}{3.97 g \text{ Al}_2\text{O}_3 / \text{cc} \times \left( \frac{\text{けい光物質の表面積}}{\text{の表面積}} \right) \times \left( \frac{\text{合計の流動層負荷 (g)}}{\text{の表面積}} \right)}$$

外表面を取囲む連続する酸化アルミニウムの保護被膜を有する本発光のけい光物質粒子は被覆されないけい光物質に勝るすぐれた性能を有する。この性能の向上は酸化アルミニウムで被覆された本発明のけい光物質粒子がけい光ランプに使用された後記する使用例において立証されている。けい光ランプは代表的には使用時間の増大にともなつて光出力が徐々に減少する。種々の要因がランプ動作中の光出力の降下の原因になつている。これら要因にはカソードからの不純物の付着、水銀の原子および

イオンによるけい光物質への衝突による種々の水銀化合物の形成、けい光物質それ自体の変化、ならびにガラス容器の、特に紫外線があたる部分の変化がある。光出力の降下に耐えるそのようなランプの能力は一般に光束維持率（ルーメン・メンテナンス）と称されており、これは与えられた寿命期間での光出力の初期光出力と比較した比として測定され、パーセントとして表わされる。

時間の経過にともなう光出力の減少はすべてのけい光ランプに生じることであるけれど、通常の負荷のランプの

場合よりも高出力および超高出力のランプにとつてはこれは大きな問題を呈し、また敵対する環境の放電の低下に特に敏感なけい光物質にとつては大きな問題を呈する。

上記した要因のすべてが光出力の減少に大なり小なりの作用を呈し得るけれど、動作中の光出力の降下の主要原因の1つは水銀化合物が特にけい光物質被膜の表面に形成されることであると現在確信されている。

これら水銀化合物は紫外線吸収膜を形成し、けい光物質が水銀の放電による放射線によつて十分に励起されることを阻止し、最大の光出力を得ることができないと確信されている。

アルミナの種々の使用法がランプの性能を改善するために提案されている。1つの使用法は管壁の内側にアルミナの層を使用し、その上にけい光物質層を被着するものである。別の使用法はけい光物質層の上部にアルミナの薄い層を被着することである。

これら技術は若干の利益を呈するけれど、ランプ容器の内表面に1つの物質層のみを被着するだけで光束維持率をさらに増大させることが望ましいということが確信されている。けい光ランプの各粒子の外表面を取囲む連続する酸化アルミニウムの被膜を有するけい光物質粒子を使用することによつて単に1つの物質層をランプ容器に被着するだけで光束維持率を大いに増大させることができる。

けい光ランプの光束維持率を向上させる本発明の方法によれば、連続する酸化アルミニウムの被膜が微細なけい光ランプけい光物質粉末の個々の粒子に付着され、個々に連続して被覆されたけい光物質粒子を形成する。

けい光ランプ容器の内表面はその後一層またはそれ以上のけい光物質層で被覆される。容器に被着されたけい光物質の各層は少なくとも1つのけい光物質成分を含む。

1つ以上のけい光物質成分を含むけい光物質は通常はけい光物質混合物と呼ばれている。ランプ容器に被着された少なくとも一層のけい光物質層は個々に連続して被覆されたけい光物質粒子を含むけい光物質成分を有する。被覆された容器はその後既知の技術によつて処理されて完成したランプに仕上げられる。一層以上のけい光物質層を含むこれらランプにおいて、個々に連続して被覆されたけい光物質粒子を含む層はランプ容器に被着された最後のけい光物質層であることが好ましい、すなわち、ランプ内のアーク発生媒体に直接隣接する層であることが好ましい。

酸化アルミニウムの被膜を記載するのに本明細書で使用している「連続する」という用語は粒子でないということの意味する、すなわち各けい光物質粒子を取囲む酸化アルミニウムの被膜は個々の酸化アルミニウム粒子よりなるものではない。

本発明の酸化アルミニウムで被覆されたいけい光物質粒子の主要な特徴は、(1)各粒子上の被膜が連続する、

すなわち粒子ではない、態様にあること、(2)各粒子上の被膜が共形の態様を有し、被覆されていないけい光物質粒子に自然に生じるサブミクロンの特徴(凹凸)を写し取ること、および(3)各けい光物質粒子が個々に被覆されていることである。

本発明の被覆されたいけい光物質粒子のこれら主要な特徴は走査電子顕微鏡検査、オージェ分析、反射電子回折技術、およびBET測定によつて確立され、かつ、または立証されている。

10 被覆された粒子の走査電子顕微鏡検査(SEM)によれば、粒子が個々に被覆されており、けい光物質粒子上の酸化アルミニウムの被膜が連続しており、酸化アルミニウム粒子よりなるものではなく、被膜が共形であり、下側のけい光物質粒子のサブミクロンの特徴を写し取つていることが分る。

オージェ分析によれば、被膜がけい光物質粒子の外表面を実質的に完全におおっていることが分る。

20 反射電子回折によれば、酸化アルミニウム被膜が連続しており、非結晶性、すなわち非晶質(アモルファス)であることが分る。

BET測定によれば、被覆されたいけい光物質の表面積が被覆されないけい光物質の表面積と比較して認められるほど変化しない程度に酸化アルミニウム被膜の共形および連続する態様が立証される。被膜が事実上粒子であるならば、被覆されたいけい光物質の表面積は相当に増大することになる。BET測定はまた、けい光物質粒子が個々に被覆されていることを立証している。

30 けい光ランプけい光物質は紫外線によつてけい光を発する任意の物質を含む。限定するものではないが、そのようなけい光物質の例としてハロリン酸アルカリ土類金属けい光物質およびマンガンドーブしたオルトケイ酸亜鉛けい光物質がある。

好ましい実施例においては、連続する酸化アルミニウム被膜は流動層での化学蒸着法によつて付着される、例えば、けい光物質粒子が不活性ガス流に浮遊している間にアルミニウム含有先駆物質がけい光物質粉末粒子の外表面に付着され、このアルミニウム含有先駆物質が反応させられて酸化アルミニウムを形成する。アルミニウム含有化合物の適当な先駆物質の例として、アルキルアルミニウム化合物、アルミニウムアルコキシド、およびアルミニウムアセチルアセトネートがある。

40 この好ましい実施例においては、流動層は不活性ガスをけい光物質粒子中に送り、不活性ガス流に粒子を浮遊させることによつて形成される。この方法において使用するのに適した不活性ガスの例として、窒素、アルゴン、ヘリウム、ネオン、あるいはそれらの混合物がある。けい光物質粒子を流動層に支持するほかに、不活性ガスはキヤリヤガスとして機能する。揮発可能なアルミニウム含有の被膜用先駆物質はけい光物質粒子が浮遊して反応室に不活性ガスが入る前に不活性ガス中に蒸発され

21

る。キヤリヤガスはアルミニウム含有被膜用先駆物質の蒸気で飽和されることが好ましい。蒸発されたアルミニウム含有被膜用先駆物質を含むキヤリヤガスがけい光物質粒子中を上方へ送られ、これら粒子を流動層に浮遊させると、これら粒子はキヤリヤガス中に含まれる被膜用先駆物質の蒸気によつて包囲される。

流動化された粒子は先駆物質が分解する温度より低い第1の温度で、蒸発されたアルミニウムを含有する先駆物質にさらされることが好ましい。粒子が先駆物質によつて包囲された後、先駆物質は第2の温度で反応させられて連続する酸化アルミニウムの被膜を個々の粒子の表面に形成する。この第2の温度は先駆物質が反応して酸化アルミニウムを形成する温度より高いかまたは等しい。流動層は最低の温度から最高の温度までの範囲にわたる温度勾配に保持されることが最も好ましい。最低の温度は被膜用先駆物質が分解する温度より低い温度であるべきであり、一方最高の温度は被膜用先駆物質が反応して所望の酸化アルミニウム被膜物質を形成する温度に等しいか、それより高い温度であるべきである。

必要ならば、酸化ガスが蒸発された被膜用先駆物質を含有するキヤリヤガスとは別に流動層に導入される。酸化ガスの使用は酸素含有先駆物質が使用されるときに随意である。適当な酸化ガスの例として、空気あるいは酸素がある。酸化ガスは希釈用の不活性ガスと混合されてもよい。

被膜の厚さはプロセスが行なわれている時間の長さ、蒸発源の温度、蒸発源を通る流量、ならびにけい光物質の表面積に依存する。

このプロセスは個々のけい光物質粒子の外表面にあらかじめ定められた厚さの連続する酸化アルミニウムの被膜を形成するのに十分な時間の間続けられる。

一層以上のけい光物質層がけい光ランプ容器の内表面に被着される。ランプ容器に被着された少なくとも一層のけい光物質層は個々に連続して被覆されたけい光物質粒子を含むけい光物質粒子を含む。このけい光物質で被覆された容器は既知の技術によつて完成したランプに仕上げられる。

本明細書で使用される用語「けい光ランプ」はどのような形態であつても紫外線によつて励起されてけい光を発するけい光物質を含む任意のランプをいう。

さて、第2図を参照すると、第2図には管状の気密封止されたガラス容器25を含むけい光ランプ24の一例が示されている。電極26および27が容器25の両端部に封止されている。これら電極26および27は容器25から外方に突出する端子ピン28および29に接続されている。一種以上の不活性ガスおよび水銀蒸気のようなアーク発生および維持媒体が容器25内に含まれている。

けい光物質の被膜30が容器25の内側表面に被着されている。この被膜30は連続する酸化アルミニウムの被膜で個々に被覆された微細なけい光ランプけい光物質の粒子を

22

含むけい光物質層を含む。このけい光ランプけい光物質はけい光ランプに有益な任意の物質でよいけれど、ここに記載する本発明はけい光物質粉末がハロリン酸アルカリ土類金属けい光物質またはマンガンをドーブしたオルトケイ酸亜鉛けい光物質粉末であるときに特に有効である。

次の使用例および比較例はこの分野の技術者が本発明をより明瞭に理解し、実施することを可能にし、かつ本発明の利点をより明瞭に立証するためのものである。これら使用例は本発明は本発明の範囲を限定するものではなく、単に例示するだけのものである。

以下の使用例および比較例に示されるけい光物質の番号はこれらけい光物質を得たジーティーイー・プロダクツ・コーポレーションによつて使用されている識別番号である。

#### 使用例 I

実施例 I に従つて調製された個々に、連続して被覆されたけい光物質粒子がけい光ランプ容器に被着され、既知の技術によつて完成したランプに処理された。この既知の技術は通常の湿式ふるい分けによつて1重量%の酸化アルミニウムCを含む有機溶剤にけい光物質をスラリー化する段階を含むものであつた。

#### 比較例 II

ハロリン酸カルシウム（クールホワイトNo.4459、ロット795）の被覆されない粒子が0.05重量%の酸化アルミニウムCと混合され、けい光ランプ容器に被着され、使用例 I と同じ既知の技術によつて完成したランプに処理された。

#### 比較例 III

ハロリン酸カルシウム（クールホワイトNo.4459、ロット795）の被覆されない粒子がけい光ランプ容器に被着され、使用例 I と同じ既知の技術によつて完成したランプに処理された。

#### 使用例 IV

ハロリン酸カルシウム（クールホワイトNo.4459、ロット795）の粒子が実施例 I で記載したように連続する酸化アルミニウムの被膜で被覆された。被覆されたけい光物質粒子は1.75重量%の酸化アルミニウムCを含む水懸濁液でランプ容器に被着され、既知の技術によつて完成したランプに処理された。製造手順中けい光物質の混練はなかつた。

#### 使用例 V

ランプが使用例 IV に従つてかつゆるやかに混練（ここで、ゆるやかに混練とは寸法の変化を伴うけい光物質粒子の混合をいう）する追加の段階を含んで作成された。使用例 I、IV、V および比較例 II、III の標準の4フィートT-12（40ワット）クールホワイトけい光ランプに対するけい光物質の輝度（ルミナンス）および維持率（メンテナンス）データを表 I に示す。

50

表 I

使用例および比較例	懸濁液	けい光物質	けい光物質の輝度(維持率)						
			0時間	100時間	500時間	1,000時間	2,000時間	3,000時間	5,000時間
I	有機	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 被覆、ロット795	3216	3115 (96.8)	3082 (95.8)	3035 (94.4)	2965 (92.3)	2935 (91.2)	2858 (88.9)
II	有機	0.05%のALON C 混合被覆せず、ロット795	3253	3080 (94.7)	2973 (91.4)	2901 (89.2)	2818 (86.6)	2792 (85.8)	2699 (82.9)
III	有機	被覆せず、ロット795	3253	3118 (95.8)	3031 (93.2)	2964 (91.1)	2884 (88.7)	2854 (88.6)	2791 (85.8)
IV	水	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 被覆、ロット795	3189	3105 (97.4)	3044 (95.4)	2995 (93.9)	2914 (91.4)	2839 (89.0)	2755 (86.4)
V	水	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 被覆、ロット95	3224	3104 (96.3)	3027 (93.9)	2965 (92.0)	2838 (88.0)	2798 (86.8)	2696 (83.6)

表 I に示すように、被覆されない光物質は 0 時間においてより高い光束出力を有するけれど、連続する酸化アルミニウムの被膜を有するけい光物質粒子の維持率は被覆されないけい光物質粒子よりも改善されている。けい光ランプけい光物質の維持率に関するけい光物質被覆の効果は標準の 4 フィート T12VHO (超高出力) ランプにおいてさらに高かった。

## 比較例 VI

ハロリン酸カルシウム (クールホワイト No. 4459、ロット 501) の被覆されない粒子が水懸濁液でランプ容器に被着され、既知の技術により完成したランプに処理された。

## \* 使用例 VII

ハロリン酸カルシウム (クールホワイト No. 4459、ロット 501) の粒子が実施例 I において記載したように連続する酸化アルミニウムの被膜で被覆された。この被覆されたけい光物質粒子は水懸濁液でランプ容器に被着され、既知の技術により完成したランプに処理された。製造手順中けい光物質の混練はなかつた。比較例 VI および比較例 VII の 4 フィート T-12VHO クールホワイトけい光ランプに対するけい光物質の輝度および維持率のデータを表 II に示す。(なお、表 II 中、攪拌とは寸法の変化を伴わないけい光物質粒子の混合をいう)

表 II

使用例および比較例	溶剤	けい光物質	方法	けい光物質の輝度(維持率)							
				0時間	100時間	300時間	500時間	1,000時間	2,000時間	3,000時間	5,000時間
VI	水	被覆せず	混練	7704	6981 (90.6)	6763 (87.8)	6470 (84.0)	6085 (79.0)	5479 (71.1)	4952 (64.3)	4368 (56.7)
VII	水	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 被覆	攪拌	7696	6997 (90.9)	6866 (89.2)	6621 (86.0)	6335 (82.3)	6014 (78.1)	5464 (71.0)	5134 (66.7)

表 I および II から理解できるように、被覆されないけい光物質は初期は明るいけれど、被覆されないけい光物質の光出力は本発明の被覆されたけい光物質よりも急速に時間の関数として減少する。被覆されたけい光物質を備えたランプはまた、ランプ製造の徐冷段階中けい光物質の劣化に抵抗する。

けい光ランプの維持率に関する酸化アルミニウム被膜の厚さの効果は標準の 4 フィート T-12VHO ランプにおいて評価された。

## 比較例 VIII

この例においては、クールホワイトのハロリン酸アルカリ土類金属けい光物質粉末 (クールホワイト No. 4459、ロット 769) の被覆されない粒子が既知の技術によりランプ容器の内表面に被着された。この既知の技術は 1.75 重量% の酸化アルミニウム C を含む水懸液で、通常の湿式ふるい分けでけい光物質をスラリー化する段階を含むものであつた。

## 使用例 IX

この例では、クールホワイトのハロリン酸アルカリ土類金属けい光物質の粉末粒子が実施例 I で記載した装置を使用して連続する酸化アルミニウムの被膜で個々に被覆された。300g のハロリン酸カルシウムけい光物質粉末 (クール・ホワイト No. 4459、ロット 769) およびデグツサ (Degussa) ・インコーポレイテッドから入手できる 0.15q (0.05 重量%) の酸化アルミニウム C、すなわち流動化助剤がポリエチレンのジヤー内で乾式配合され、酸化アルミニウム C の流動化助剤がハロリン酸アルカリ土類金属粉末の全体に均一に分散したものを得た。ハロリン酸塩けい光物質粉末と流動化助剤の混合物は石英ガラス反応管に供給されてけい光物質の流動層を形成した。液体のトリメチルアルミニウムがステンレススチールのバブラー内で被膜用先駆物質として使用された。キヤリヤガスはトリメチルアルミニウムの液体中で気泡となり、蒸発されたトリメチルアルミニウムを含有するキヤリヤガスとなつた。この蒸発されたトリメチルアルミニウムを含有するキヤリヤガスは接続管路を通じて石英

ガラス反応管に搬送された。窒素で希釈された酸素ガスは振動ミキサーのシャフトに位置付けされた孔を通じて流動層中に搬送された。振動ミキサーは60サイクル/分の速度で作動された。

バブラーに至る窒素ガス供給管路およびバブラーは両方とも30°Cの温度に加熱されかつ維持された。バブラーから出て石英ガラス反応管の底部に至る管路は約45°Cの温度に加熱されかつ維持された。

反応管のフリット領域は約60°Cないし150°Cの温度に保持された。振動円板の上部に位置付けされた酸化ガス入口領域は約400°Cの温度に加熱されかつ保持された。そしてこの酸化ガス入口領域の上部の領域は約550°Cの温度に加熱されかつ保持された。

約100cc/分の窒素がバブラー中を通され、また蒸発されたトリメチルアルミニウムを含有する窒素ガスは窒素キャリアガスによつて約550cc/分の流量で反応管に供給された。窒素ガスで希釈された酸素ガス流は第2の搬送管路を通じて反応管に送られた。酸素の流量は約495cc/分であり、窒素希釈剤の流量は約50cc/分であつた。約200対1の $Q_2$ 対トリメチルアルミニウムの濃度比がこの反応中、白の物体色を得るために保持された。

このプロセスは6時間の間続けられ、約100Åの厚さの酸化アルミニウムの被膜がけい光物質粒子に形成された。

この使用例の被覆されたけい光物質粒子の電子顕微鏡検査によれば、クールホワイトのハロリン酸アルカリ土類金属けい光物質粒子上に酸化アルミニウムの滑らかな共形の被膜が観察された。この使用例におけるけい光物質粒子に被着された被膜の連続するかつ共形の形態はけい光物質基質のサブミクロンの特徴の写し取りによつて立証された。しかしながら、この被覆された粒子のサブミクロンの特徴は被覆されない粒子のサブミクロンの特徴と比較すると、可視的には目立たない。

この被覆されたけい光物質粒子は、1.75重量%の酸化アルミニウムCを含む水懸濁液で、通常の湿式ふるい分けこの被覆されたけい光物質をスラリー化する段階を含む既知の技術により、ランプ容器の内表面に被着された。

#### 使用例X

この例では、クールホワイトのハロリン酸アルカリ土類金属けい光物質の粉末粒子が実施例Iで記載した装置を使用して連続する酸化アルミニウムの被膜で個々に被覆された。300gのハロリン酸カルシウムけい光物質粉末（クールホワイトNo.4459、ロット769）およびデグツサ（Degussa）インコーポレイテッドから入手できる0.15g（0.05重量%）の酸化アルミニウムC、すなわち流動化助剤が、ポリエチレンのジャー内で乾式配合され、酸化アルミニウムCの流動化助剤がハロリン酸アルカリ土類金属粉末の全体に均一に分散したものを得た。ハロリン酸塩けい光物質粉末と流動化助剤の混合物は石英ガラス

反応管に供給されてけい光物質の流動層を形成した。液体のトリメチルアルミニウムがステンレススチールのバブラー内で被膜用先駆物質として使用された。キャリアガスはトリメチルアルミニウムの液体中で気泡となり、蒸発されたトリメチルアルミニウムを含有するキャリアガスとなつた。この蒸発されたトリメチルアルミニウムを含有するキャリアガスは接続管路を通じて石英ガラス反応管に搬送された。窒素で希釈された酸素ガスは振動ミキサーのシャフトに位置付けされた孔を通じて流動層中に搬送された。振動ミキサーは60サイクル/分の速度で作動された。

バブラーに至る窒素ガス供給管路およびバブラーは両方とも30°Cの温度に加熱され、かつ維持された。バブラーから出て石英ガラス反応管の底部に至る管路は約45°Cの温度に加熱され、かつ維持された。

反応管のフリット領域は約60°Cないし約150°Cの温度に保持された。振動円板の上部に位置付けされた酸化ガス入口領域は約400°Cの温度に加熱され、かつ保持された。そしてこの酸化ガス入口領域の上部の領域は約550°Cの温度に加熱され、かつ保持された。

約150cc/分の窒素流がバブラー中を通され、また蒸発されたトリメチルアルミニウムを含有する窒素ガスは窒素キャリアガスによつて約500cc/分の流量で反応管に送られた。窒素ガスで希釈された酸素ガス流は第2の搬送管路を通じて反応管に送られた。酸素の流量は約495cc/分であり、窒素希釈剤の流量は約50cc/分であつた。約200対1の $Q_2$ 対トリメチルアルミニウムの濃度比がこの反応中、白の物体色を得るために保持された。

このプロセスは4時間の間続けられ、約100Åの厚さの酸化アルミニウムの被膜がけい光物質粒子に形成された。

この使用例の被覆されたけい光物質粒子の電子顕微鏡検査によれば、クールホワイトハロリン酸アルカリ土類金属けい光物質粒子上に酸化アルミニウムの滑らかな共形の被覆が形成されていることが観察された。この使用例におけるけい光物質粒子に被着された被膜の連続するかつ共形の態様はけい光物質基質のサブミクロンの特徴の写し取りによつて立証された。しかしながら、この被覆された粒子のサブミクロンの特徴は被覆されない粒子のサブミクロンの特徴と比較すると、可視的には目立たない。

この被覆されたけい光物質粒子は、1.75重量%の酸化アルミニウムCを含む水懸濁液で、通常の湿式ふるい分けこの被覆されたけい光物質をスラリー化する段階を含む既知の技術により、ランプ容器の内表面に被着された。

#### 使用例XI

この例では、クールホワイトのハロリン酸アルカリ土類金属けい光物質の粉末粒子が実施例Iで記載した装置を使用して連続する酸化アルミニウムの被膜で個々に被覆

された。300gのハロリン酸カルシウムけい光物質粉末（クールホワイトNo.4459、ロット769）およびデグツサ（Degussa）インコーポレイテッドから入手できる0.15g（0.05重量%）の酸化アルミニウムC、すなわち流動化助剤、がポリエチレンのジヤー内で乾式配合され、酸化アルミニウムCの流動化助剤がハロリン酸アルカリ土類金属粉末の全体に均一に分散したものを得た。ハロリン酸塩けい光物質粉末と流動化助剤の混合物は石英ガラス反応管に供給されてけい光物質の流動層を形成した。液体のトリメチルアルミニウムがステンレススチールのバブラー内で被膜用先駆物質として使用された。キヤリヤガスはトリメチルアルミニウムの液体中で気泡となり、蒸発されたトリメチルアルミニウムを含有するキヤリヤガスとなった。この蒸発されたトリメチルアルミニウムを含有するキヤリヤガスは接続管路を通じて石英ガラス反応管に搬送された。窒素で希釈された酸素ガスは振動ミキサーのシャフトに位置付けされた孔を通じて流動層中に搬送された。振動ミキサーは60サイクル/分の速度で作動された。

バブラーに至る窒素ガス供給管路およびバブラーは両方とも30°Cの温度に加熱され、かつ維持された。バブラーから出て石英ガラス反応管の底部に至る管路は約45°Cの温度に加熱され、かつ維持された。

反応管のフリット領域は約60°Cないし約150°Cの温度に保持された。振動円板の上部に位置付けされた酸化ガス入口領域は約400°Cの温度に加熱され、かつ保持された。そしてこの酸化ガス入口領域の上部の領域は約550°Cの温度に加熱され、かつ保持された。

約100cc/分の窒素流がバブラー中を通され、また蒸発されたトリメチルアルミニウムを含有する窒素ガスは窒素キヤリヤガスによつて約550cc/分の流量で反応管に送られた。窒素ガスで希釈された酸素ガス流は第2の搬送管路を通じて反応管に送られた。酸素の流量は約495cc/分であり、窒素希釈剤の流量は約50cc/分であつた。約200対1のO<sub>2</sub>対トリメチルアルミニウムの濃度比がこの反応中、白の物体色を得るために保持された。

このプロセスは9時間の間続けられ、約150Åの厚さの酸化アルミニウムの被膜がけい光物質粒子に形成された。

この使用例の被覆されたけい光物質粒子の電子顕微鏡検査によれば、クールホワイトのハロリン酸アルカリ土類金属けい光物質粒子上に酸化アルミニウムの滑らかな共形の被膜が形成されていることが観察された。この使用例におけるけい光物質粒子に被覆された被膜の連続するかつ共形の態様はけい光物質基質のサブミクロンの特徴の写し取りによつて立証された。しかしながら、この被覆された粒子のサブミクロンの特徴は被覆されない粒子のサブミクロンの特徴と比較すると、可視的には目立たない。

この被覆されたけい光物質粒子は、1.75重量%の酸化ア

ルミニウムCを含む水懸濁液で、通常の湿式ふるい分けでこの被覆されたけい光物質をスラリー化する段階を含む既知の技術により、ランプ容器の内表面に被覆された。

#### 使用例XII

この例では、クールホワイトのハロリン酸アルカリ土類金属けい光物質の粉末粒子が実施例Iで記載した装置を使用して連続する酸化アルミニウムの被膜で個々に被覆された。300gのハロリン酸カルシウムけい光物質粉末（クールホワイトNo.4459、ロット769）およびデグツサ（Degussa）インコーポレイテッドから入手できる0.15g（0.05重量%）の酸化アルミニウムC、すなわち流動化助剤、がポリエチレンのジヤー内で乾式配合され、酸化アルミニウムCの流動化助剤がハロリン酸アルカリ土類金属粉末の全体に均一に分散したものを得た。ハロリン酸塩けい光物質粉末と流動化助剤の混合物は石英ガラス反応管に供給されてけい光物質の流動層を形成した。液体のトリメチルアルミニウムがステンレススチールのバブラー内で被膜用先駆物質として使用された。キヤリヤガスはトリメチルアルミニウムの液体中で気泡となり、蒸発されたトリメチルアルミニウムを含有するキヤリヤガスとなった。この蒸発されたトリメチルアルミニウムを含有するキヤリヤガスは接続管路を通じて石英ガラス反応管に搬送された。窒素で希釈された酸素ガスは振動ミキサーのシャフトに位置付けされた孔を通じて流動層中に搬送された。振動ミキサーは60サイクル/分の速度で作動された。

バブラーに至る窒素ガス供給管路およびバブラーは両方とも30°Cの温度に加熱され、かつ維持された。バブラーから出て石英ガラス反応管の底部に至る管路は約45°Cの温度に加熱され、かつ維持された。

反応管のフリット領域は約60°Cないし約150°Cの温度に保持された。振動円板の上部に位置付けされた酸化ガス入口領域は約400°Cの温度に加熱され、かつ保持された。そしてこの酸化ガス入口領域の上部の領域は約550°Cの温度に加熱され、かつ保持された。

約150cc/分の窒素流がバブラー中を通され、また蒸発されたトリメチルアルミニウムを含有する窒素ガスは窒素キヤリヤガスによつて約550cc/分の流量で反応管に送られた。窒素ガスで希釈された酸素ガス流は第2の搬送管路を通じて反応管に送られた。酸素の流量は約495cc/分であり、窒素希釈剤の流量は約50cc/分であつた。約200対1のO<sub>2</sub>対トリメチルアルミニウムの濃度比がこの反応中、白の物体色を得るために保持された。

このプロセスは9時間の間続けられ、約150Åの厚さの酸化アルミニウムの被膜がけい光物質粒子に形成された。

この使用例の被覆されたけい光物質粒子の電子顕微鏡検査によれば、クールホワイトハロリン酸アルカリ土類金属けい光物質粒子上に酸化アルミニウムの滑らかな共形

の被膜が形成されていることが観察された。この使用例における光物質粒子に被着された被膜の連続するかつ共形の態様はけい光物質基質のサブミクロンの特徴の写し取りによつて立証された。しかしながら、この被覆された粒子のサブミクロンの特徴は被覆されない粒子のサブミクロンの特徴と比較すると、可視的には目立たない。この被覆されたけい光物質粒子は、1.75重量%の酸化アルミニウムCを含む水懸濁液で、通常の湿式ふるい分けでこの被覆されたけい光物質をスラリー化する段階を含む既知の技術により、ランプ容器の内表面に被着された。

#### 使用例XIII

この例では、クールホワイトのハロリン酸アルカリ土類金属けい光物質の粉末粒子が実施例Iで記載した装置を使用して連続する酸化アルミニウムの被膜で個々に被覆された。300gのハロリン酸カルシウムけい光物質粉末（クールホワイトNo.4459、ロット769）およびデグツサ（Degussa）インコーポレイテッドから入手できる0.15q（0.05重量%）の酸化アルミニウムC、すなわち流動化助剤、がポリエチレンのジャー内で乾式配合され、酸化アルミニウムCの流動化助剤がハロリン酸アルカリ土類金属粉末の全体に均一に分散したものを得た。ハロリン酸塩けい光物質粉末と流動化助剤の混合物は石英ガラス反応管に供給されてけい光物質の流動層を形成した。液体のトリメチルアルミニウムがステンレススチールのバブラー内で被膜用先駆物質として使用された。キャリヤガスはトリメチルアルミニウムの液体中で気泡となり、蒸発されたトリメチルアルミニウムを含有するキャリヤガスとなつた。この蒸発されたトリメチルアルミニウムを含有するキャリヤガスは接続管路を通じて石英ガラス反応管に搬送された。窒素で希釈された酸素ガスは振動ミキサーのシャフトに位置付けされた孔を通じて流動層中に搬送された。振動ミキサーは60サイクル/分の速度で作動された。

バブラーに至る窒素ガス供給管路およびバブラーは両方とも30°Cの温度に加熱され、かつ維持された。バブラーから出て石英ガラス反応管の底部に至る管路は約45°Cの温度に加熱され、かつ維持された。

反応管のフリット領域は約60°Cないし約150°Cの温度に保持された。振動円板の上部に位置付けされた酸化ガス入口領域は約400°Cの温度に加熱され、かつ保持された。そしてこの酸化ガス入口領域の上部の領域は約550°Cの温度に加熱され、かつ保持された。

約150cc/分の窒素流がバブラー中を通され、また蒸発されたトリメチルアルミニウムを含有する窒素ガスは窒素キャリヤガスによつて約500cc/分の流量で反応管に送られた。窒素ガスで希釈された酸素ガス流は第2の搬送管路を通じて反応管に送られた。酸素の流量は約495cc/分であり、窒素希釈剤の流量は約50cc/分であつた。約200対1のO<sub>2</sub>対トリメチルアルミニウムの濃度比がこの反応

中、白の物体色を得るために保持された。

このプロセスは8時間の間続けられ、約200Åの厚さの酸化アルミニウムの被膜がけい光物質粒子に形成された。

この使用例の被覆されたけい光物質粒子の電子顕微鏡検査によれば、クールホワイトのハロリン酸アルカリ土類金属けい光物質粒子上に酸化アルミニウムの滑らかな共形の被膜が形成されていることが観察された。この使用例におけるけい光物質粒子に被着された被膜の連続するかつ共形の態様はけい光物質基質のサブミクロンの特徴の写し取りによつて立証された。しかしながら、この被覆された粒子のサブミクロンの特徴は被覆されない粒子のサブミクロンの特徴と比較すると、可視的には目立たない。

この被覆されたけい光物質粒子は、1.75重量%の酸化アルミニウムCを含む水懸濁液で、通常の湿式ふるい分けでこの被覆されたけい光物質をスラリー化する段階を含む既知の技術により、ランプ容器の内表面に被着された。

#### 使用例XIV

この例では、クールホワイトのハロリン酸アルカリ土類金属けい光物質の粉末粒子が実施例Iで記載した装置を使用して連続する酸化アルミニウムの被膜で個々に被覆された。300gのハロリン酸カルシウムけい光物質粉末（クールホワイトNo.4459、ロット769）およびデグツサ（Degussa）インコーポレイテッドから入手できる0.15q（0.05重量%）の酸化アルミニウムC、すなわち流動化助剤、がポリエチレンのジャー内で乾式配合され、酸化アルミニウムCの流動化助剤がハロリン酸アルカリ土類金属粉末の全体に均一に分散したものを得た。ハロリン酸塩けい光物質粉末と流動化助剤の混合物は石英ガラス反応管に供給されてけい光物質の流動層を形成した。液体のトリメチルアルミニウムがステンレススチールのバブラー内で被膜用先駆物質として使用された。キャリヤガスはトリメチルアルミニウムの液体中で気泡となり、蒸発されたトリメチルアルミニウムを含有するキャリヤガスとなつた。この蒸発されたトリメチルアルミニウムを含有するキャリヤガスは接続管路を通じて石英ガラス反応管に搬送された。窒素で希釈された窒素ガスは振動ミキサーのシャフトに位置付けされた孔を通じて流動層中に搬送された。振動ミキサーは60サイクル/分の速度で作動された。

バブラーに至る窒素ガス供給管路およびバブラーは両方とも30°Cの温度に加熱され、かつ維持された。バブラーから出て石英ガラス反応管の底部に至る管路は約45°Cの温度に加熱され、かつ維持された。

反応管のフリット領域は約60°Cないし約150°Cの温度に保持された。振動円板の上部に位置付けされた酸化ガス入口領域は約400°Cの温度に加熱され、かつ保持された。そしてこの酸化ガス入口領域の上部の領域は約550

31

℃の温度に加熱され、かつ保持された。

約150cc/分の窒素流がバブラー中を通され、また蒸発されたトリメチルアルミニウムを含有する窒素ガスは窒素キヤリヤガスによつて約500cc/分の流量で反応管に送られた。窒素ガスで希釈された酸素ガス流は第2の搬送管路を通じて反応管に送られた。酸素の流量は約495cc/分であり、窒素希釈剤の流量は約50cc/分であつた。約200対1のO<sub>2</sub>対トリメチルアルミニウムの濃度比がこの反応中、白の物体色を得るために保持された。

このプロセスは12時間の間続けられ、約300Åの厚さの酸化アルミニウムの被膜がけい光物質粒子に形成された。

この使用例の被覆されたけい光物質粒子の電子顕微鏡検査によれば、クールホワイトハロリン酸アルカリ土類金属けい光物質粒子上に酸化アルミニウムの滑らかな共形の被膜が形成されていることが観察された。この使用例におけるけい光物質粒子に被着された被膜の連続するかつ共形の態様はけい光物質基質のサブミクロンの特徴の写し取りによつて立証された。しかしながら、この被覆された粒子のサブミクロンの特徴は被覆されない粒子のサブミクロンの特徴と比較すると、可視的には目立たない。

この被覆されたけい光物質粒子は、1.75重量%の酸化アルミニウムCを含む水懸濁液で、通常の湿式ふるい分けでこの被覆されたけい光物質をスラリー化する段階を含む既知の技術により、ランプ容器の内表面に被着された。

#### 使用例xv

この例では、クールホワイトのハロリン酸アルカリ土類金属けい光物質の粉末粒子が実施例Iで記載した装置を使用して連続する酸化アルミニウムの被膜で個々に被覆された。300gのハロリン酸カルシウムけい光物質粉末（クールホワイトNo.4459、ロット769）およびデグツサ（Degussa）インコーポレイテッドから入手できる0.15g（0.05重量%）の酸化アルミニウムC、すなわち流動化助剤、がポリエチレンのジャー内で乾式配合され、酸化アルミニウムCの流動化助剤がハロリン酸アルカリ土類金属粉末の全体に均一に分散したものを得た。ハロリン酸塩けい光物質粉末と流動化助剤の混合物は石英ガラス反応管に供給されてけい光物質の流動層を形成した。液体のトリメチルアルミニウムがステンレススチールのバブラー内で被膜用先駆物質として使用された。キヤリヤガスはトリメチルアルミニウムの液体中で気泡となり、蒸発されたトリメチルアルミニウムを含有するキヤリヤガスとなった。この蒸発されたトリメチルアルミニウムを含有するキヤリヤガスは接続管路を通じて石英ガラス反応管に搬送された。窒素で希釈された酸素ガスは振動

32

ミキサーのシャフトに位置付けされた孔を通じて流動層中に搬送された。振動ミキサーは60サイクル/分の速度で作動された。

バブラーに至る窒素ガス供給管路およびバブラーは両方とも30℃の温度に加熱され、かつ維持された。バブラーから出て石英ガラス反応管の底部に至る管路は約45℃の温度に加熱され、かつ維持された。

反応管のフリット領域は約60℃ないし約150℃の温度に保持された。振動円板の上部に位置付けされた酸化ガス入口領域は約400℃の温度に加熱され、かつ保持された。そしてこの酸化ガス入口領域の上部の領域は約550℃の温度に加熱され、かつ保持された。

約200cc/分の窒素流がバブラー中を通され、また蒸発されたトリメチルアルミニウムを含有する窒素ガスは窒素キヤリヤガスによつて約450cc/分の流量で反応管に送られた。窒素ガスで希釈された酸素ガス流は第2の搬送管路を通じて反応管に送られた。酸素の流量は約496cc/分であり窒素希釈剤の流量は約50cc/分であつた。約200対1のO<sub>2</sub>対トリメチルアルミニウムの濃度比がこの反応中、白の物体色を得るために保持された。

このプロセスは12時間の間続けられ、約300Åの厚さの酸化アルミニウムの被膜がけい光物質粒子に形成された。

この使用例の被覆されたけい光物質粒子の電子顕微鏡検査によれば、クールホワイトのハロリン酸アルカリ土類金属けい光物質粒子上に酸化アルミニウムの滑らかな共形の被膜が形成されていることが観察された。この使用例におけるけい光物質粒子に被着された被膜の連続するかつ共形の態様はけい光物質基質のサブミクロンの特徴の写し取りによつて立証された。しかしながら、この被覆された粒子のサブミクロンの特徴は被覆されない粒子のサブミクロンの特徴と比較すると、可視的には目立たない。

この被覆されたけい光物質粒子は、1.75重量%の酸化アルミニウムCを含む水懸濁液で、通常の湿式ふるい分けでこの被覆されたけい光物質をスラリー化する段階を含む既知の技術により、ランプ容器の内表面に被着された。

比較例VIIIおよび使用例IX～xvの標準4フィートT-12VH0のクールホワイトけい光ランプに対するけい光物質の輝度および維持率のデータを表IIIに示す。このデータは一連の厚さ内で維持率の向上に若干の変動を示すけれど、すべての被覆の厚さにおいてけい光ランプの維持率が向上している。

けい光物質被膜がランプ容器の内表面に被着される前に調製されるという方法の効果は標準4フィートT-12VH0ランプで評価された。その結果を表IVに示す。

10

20

30

40



表 III

使用例および比較例	溶剤	方法	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 被膜の厚さ (Å)	バブラーへの流量 (∞/分)	けい光物質の輝度(維持率)				
					0時間	100時間	500時間	1,000時間	2,000時間
VII	水	湿式ふるい分け	0	--	7805 --	6894 (88,3)	6266 (80,3)	5860 (75,1)	5254 (67,3)
IX	水	湿式ふるい分け	100	100	7787 --	6858 (88,1)	6376 (81,9)	6118 (78,6)	5669 (72,8)
X	水	湿式ふるい分け	100	150	7672 --	6765 (88,2)	6239 (81,3)	5980 (77,9)	5388 (70,2)
XI	水	湿式ふるい分け	150	100	7745 --	6969 (90,0)	6508 (84,0)	6282 (81,1)	5786 (74,7)
XII	水	湿式ふるい分け	150	150	7707 --	6811 (88,4)	6308 (81,8)	6068 (78,7)	5616 (72,9)
XIII	水	湿式ふるい分け	200	150	7620 --	6725 (88,2)	6248 (81,9)	5914 (77,6)	5385 (70,6)
XIV	水	湿式ふるい分け	300	150	7552 --	6765 (89,6)	6244 (82,7)	5998 (79,4)	5531 (73,2)
XV	水	湿式ふるい分け	300	200	7416 --	6632 (89,4)	6123 (82,6)	5872 (79,2)	5407 (72,9)

表 IV

使用例および比較例	けい光物質	方法	けい光物質の輝度(維持率)						
			0時間	171時間	500時間	1,000時間	1,470時間	2,000時間	3,000時間
XVI	被覆せず ロット501	水懸濁液混練	7603 --	6900 (90,8)	6699 (88,1)	6177 (81,2)	5443 (71,6)	5440 (71,6)	5039 (66,3)
XVII	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 被覆 ロット501	水懸濁液攪拌	7410 --	6886 (92,9)	6588 (88,9)	6228 (84,0)	5860 (79,1)	5885 (79,4)	5620 (75,8)
XVIII	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 被覆 ロット501	水懸濁液混練	7451 --	6735 (90,4)	6436 (86,4)	6126 (82,2)	5727 (76,9)	5673 (76,1)	5437 (73,0)
XIX	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 被覆 ロット501	水懸濁液湿式 ふるい分け	7347 --	6992 (95,2)	6753 (91,9)	6408 (87,2)	6235 (84,9)	6060 (82,5)	5833 (79,4)
XX	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 被覆 ロット501	有機懸濁液湿 式ふるい分け	7645 --	6976 (91,2)	6515 (85,2)	6257 (81,8)	5974 (78,1)	5892 (77,1)	5677 (74,3)

## 比較例XVI

ハロリン酸カルシウム（クールホワイトNo.4459、ロット501）の被覆されない粒子が1.75重量%の酸化アルミニウムCを含む水懸濁液でランプ容器に被着され、既知の技術により完成したランプに処理された。けい光物質は製造手順中ゆるやかに混練された。

## 使用例XVII

ハロリン酸カルシウム（クールホワイトNo.4459、ロット501）の粒子が実施例Iで記載したように150Åの計算された厚さを有する連続する酸化アルミニウムの被膜で被覆された。この被覆されたけい光物質粒子が1.75重量%の酸化アルミニウムCを含む水懸濁液でランプ容器に被着され、既知の技術により完成したランプに処理された。製造手順中けい光物質の混練はなかつた。

## 使用例XVIII

ゆるやかに混練をする追加の段階を含む使用例XVIIに従ってランプが製造された。

## 使用例XIX

ハロリン酸カルシウム（クールホワイトNo.4459、ロット501）の粒子が実施例Iで記載したように150Åの計算

された厚さを有する連続する酸化アルミニウムの被膜で被覆された。この被覆されたけい光物質粒子は、1.75重量%の酸化アルミニウムCを含む水懸濁液で、通常の湿式ふるい分けでこの被覆されたけい光物質をスラリー化する段階を含む既知の技術により、ランプ容器の内表面に被着された。

## 使用例XX

ハロリン酸カルシウム（クールホワイトNo.4459、ロット501）の粒子が実施例Iで記載したように150Åの計算された厚さを有する連続する酸化アルミニウムの被膜で被覆された。この被覆されたけい光物質粒子は、1重量%の酸化アルミニウムCを含む有機溶剤で、通常の湿式ふるい分けでこの被覆されたけい光物質をスラリー化する段階を含む既知の技術により、ランプ容器の内表面に被着された。

比較例XVIおよび使用例XVII～XXの標準の4フィートT-12VHOクールホワイトけい光ランプに対するけい光物質の輝度および維持率のデータを表IVに示す。テストした製造方法のすべてで維持率の改善が見られるけれど、個々に連続して被覆されたけい光物質粒子を使用するランプ

では湿式ふるい分けを使用して製造されたランプにおいてより大きな維持率の改善が見られる。表IVおよび表Iのデータは混練が個々に連続して $Al_2O_3$ で被覆されたけい光物質粒子を使用するランプに対しては最適のランプ性能に有害であるという論理を立証している。

酸化アルミニウムで被覆されたけい光物質粒子のけい光ランプけい光物質の維持率に関する効果が標準の6フィートT-12H0(高出力)ランプにおいてさらに評価された。

#### 比較例XXI

ハロリン酸カルシウム(クールホワイトNo.4459、ロット501)の被覆されない粒子が水懸濁液でランプ容器に \*

表

使用例および比較例	懸濁液	けい光物質	方法	0時間	けい光物質の輝度(維持率)				
					100時間	500時間	1,000時間	2,000時間	3,000時間
VII	水	被覆せず ロット501	混練	7174 --	6829 (95.6)	6592 (91.9)	6410 (89.4)	5820 (81.1)	5676 (79.1)
IX	水	$Al_2O_3$ 被覆 ロット501	攪拌	6913 --	6769 (97.9)	6633 (95.9)	6520 (94.3)	6146 (88.9)	6209 (89.8)

#### 使用例XXIII

この例では、緑色を放出するマンガンをドーブしたオルトケイ酸亜鉛けい光物質の粒子が実施例Iで記載した装置を使用して連続する酸化アルミニウムの被膜で個々に被覆された。マンガンをドーブしたオルトケイ酸亜鉛、すなわちウイレマイト(ケイ酸鉛鉱)、のけい光物質粉末は本発明方法で使用される前に400メツシユスクリーンを通じてふるい分けされ、粒子の大きな凝集物を除去した。300qのふるい分けされたマンガンドープのオルトケイ酸亜鉛けい光物質粉末(シルバニア・タイプ2285)およびデグツサ・インコーポレイテツドから入手できる0.15q(0.05重量%)の酸化アルミニウムC、すなわち流動化助剤、がポリエチレンのジャー内で乾式配合され、酸化アルミニウムCの流動化助剤がけい光物質粉末の全体に均一に分散したものを得た。けい光物質粉末と流動化助剤の混合物は石英ガラス反応管に供給されてけい光物質の流動層を形成した。液体のトリメチルアルミニウムがステンレススチールのバブラー内で被膜用先駆物質として使用された。キヤリヤガスはトリメチルアルミニウムの液体中で気泡となり、蒸発されたトリメチルアルミニウムを含有するキヤリヤガスとなつた。この蒸発されたトリメチルアルミニウムを含有するキヤリヤガスは接続管路を通じて石英ガラス反応管に搬送された。窒素で希釈された酸素ガスは振動ミキサーのシャフトに位置付けされた孔を通じて流動層中に送られた。振動ミキサーは60サイクル/分の速度で作動された。バブラーに至る窒素ガス供給管路およびバブラーは両方とも30℃の温度に加熱されかつ維持された。バブラーから出て石英ガラス反応管の底部に至る管路は約45℃の温度に加熱されかつ維持された。

反応管のフリット領域は約60℃ないし約150℃の温度に

\* 被着され、既知の技術により完成したランプに処理された。

#### 使用例XXII

ハロリン酸カルシウム(クールホワイトNo.4459、ロット501)の粒子が実施例Iで記載したように連続する酸化アルミニウムの被膜で被覆された。この被覆されたけい光物質粒子は水懸濁液でランプ容器に被着され、既知の技術により完成したランプに処理された。製造手順中けい光物質の混練はなかつた。

10 比較例XXIおよび使用例XXIIの6フィートT-12H0クールホワイトけい光ランプのけい光物質の輝度および維持率のデータを表Vに示す。

V

20 保持された。振動円板の上部に位置付けされた酸化ガス入口領域は約400℃の温度に加熱されかつ保持された。そしてこの酸化ガス入口領域の上部の領域は約550℃の温度に加熱され、かつ保持された。約150cc/分の窒素流がバブラー中を通され、また蒸発されたトリメチルアルミニウムを含有する窒素ガスは窒素キヤリヤガスによつて約500cc/分の流量で反応管に搬送された。窒素ガスで希釈された酸素ガス流は第2の搬送管路を通じて反応管に送られた。酸素の流量は約500cc/分であり、窒素希釈剤の流量は約500cc/分であつた。約200対1の $O_2$ 対トリメチルアルミニウムの濃度比がこの反応中、白の物体色を得るために保持された。このプロセスは12時間の間続けられ、約250Åの厚さの酸化アルミニウムの被膜がけい光物質粒子に形成された。

30 オルトケイ酸亜鉛の酸化アルミニウムで被覆された粒子は反応管から移された。

この使用例の被覆されたけい光物質粒子の電子顕微鏡検査によれば、オルトケイ酸亜鉛のけい光物質粒子上に酸化アルミニウムの滑らかな共形の被膜が観察された。この使用例におけるけい光物質粒子に被着された被膜の連続するかつ共形の態様はけい光物質基質のサブミクロンの特徴の写し取りによつて立証された。しかしながら、被覆された粒子のサブミクロンの特徴は被覆されない粒子のサブミクロンの特徴と比較すると、可視的には目立たない。

40 被覆された粒子表面のオージェ分析の結果、被覆されないケイ酸亜鉛けい光物質の標準と比較して被覆されたケイ酸亜鉛中の亜鉛、マンガンおよびケイ素の完全な減衰(ここで、減衰とはけい酸亜鉛けい光物質の表面特性の変化をいう)に基づいた酸化アルミニウムによる完全な

50

表面被覆が得られたことが確認された。  
個々に、連続して被覆されたけい光物質粒子はけい光ランプ容器の内表面に被着され、0.6重量%の酸化アルミニウムCを含む有機溶剤で、通常の湿式ふるい分けでけい光物質をスラリー化する段階を含む既知の技術により、完成した4フィートT-12(40ワット)けい光ランプに処理された。製造手順中けい光物質の混練はなかつた。Sb<sub>2</sub>O<sub>3</sub>はスラリーに添加されなかつた。

#### 比較例XXIV

マンガンをドーブしたオルトケイ酸亜鉛(シルバニア・タイプ2285)の被覆されない粒子がけい光ランプ容器の内表面に被着され、0.6重量%の酸化アルミニウムCを含む有機溶剤で、通常の湿式ふるい分けでけい光物質をスラリー化する段階を含む既知の技術により、完成した4フィートT-12(40ワット)けい光ランプに処理された。製造手順中けい光物質の混練はなかつた。Sb<sub>2</sub>O<sub>3</sub>はスラリーに添加されなかつた。

#### 比較例XXV

マンガンをドーブしたオルトケイ酸亜鉛(シルバニア・タイプ2285)の被覆されない粒子がけい光ランプ容器の内表面に被着され、0.6重量%の酸化アルミニウムCを含む

\*む有機溶剤で、製造中けい光物質をゆるやかに混練してけい光物質をスラリー化する段階を含む既知の技術により、完成した4フィートT-12(40ワット)けい光ランプに処理された。アンチモン(III)の酸化物(Sb<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)が被膜用懸濁液に添加された。ランプの製造時に使用される被膜用懸濁液にSb<sub>2</sub>O<sub>3</sub>を加えることは維持率を改善することとして知られている。キース・エッチ・バトラー(Keih H. Butler)著「けい光ランプけい光体・技術および理論」、ペンシルバニア州立大学プレス、第8頁参照。Sb<sub>2</sub>O<sub>3</sub>の添加は、他に特別の規定がない限り、この産業では標準である。

使用例XXIIIおよび比較例XXIV~XXVの4フィートT-12(40ワット)マンガンをドーブしたオルトケイ酸亜鉛けい光ランプに対するけい光物質の輝度および維持率のデータを表VIに示す。光束維持率の非常な改善がマンガン

をドーブしたオルトケイ酸亜鉛けい光物質の個々に連続してAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>で被覆された粒子を使用するランプに見られる。上述の使用例のそれぞれで示された被膜厚は次式を使用して計算された。

$$t_{\text{被膜/時}} = \frac{g \text{ Al}_2\text{O}_3 / \text{時}}{3.97 g \text{ Al}_2\text{O}_3 / \text{cc} \times \left( \frac{\text{けい光物質}}{\text{の表面積}} \right) \times \left( \frac{\text{合計の流動}}{\text{層負荷}} \right)}$$

表 VI

使用例および比較例	被膜懸濁液	けい光物質	けい光物質の輝度(維持率)			
			0時間	100時間	500時間	1,000時間
XXIII	有機 湿式ふるい分け Sb <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 添加せず	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 被覆 ZnSiO <sub>4</sub> : Mn	4696 --	4618 (98.3)	4558 (97.0)	4496 (95.7)
XXIV	有機 湿式ふるい分け Sb <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 添加せず	被覆せず ZnSiO <sub>4</sub> : Mn	4745 --	4296 (90.5)	3634 (76.6)	3181 (67.0)
XXV	有機 湿式ふるい分け Sb <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 添加	被覆せず ZnSiO <sub>4</sub> : Mn	4393 --	4093 (93.2)	3821 (87.0)	3465 (78.9)

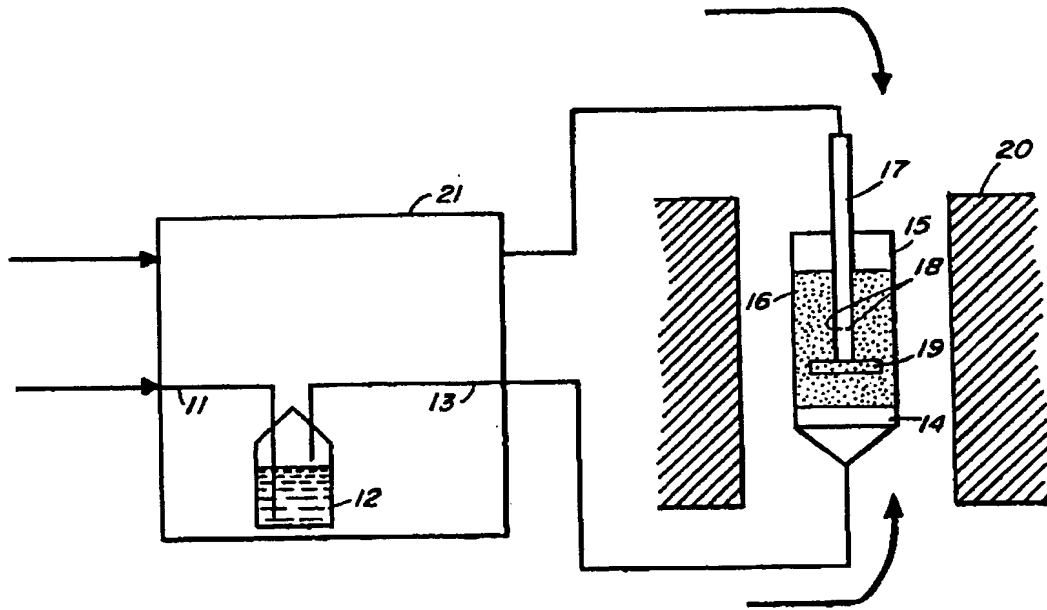
現在本発明の好ましい実施例とみなされているものを図示し、記載したが、特許請求の範囲によつて定義される本発明の範囲から逸脱することなしに種々の変形および変更がなし得ることはこの分野の技術者には明らかであろう。

#### 【図面の簡単な説明】

第1図は本発明の方法において使用するのに適した装置の一例を示す概略構成図、第2図はけい光ランプの一例を示す一部を切除した正面図である。

- 12: バブラー
- 14: フリット
- 15: 反応管
- 16: 流動層
- 17: 振動ミキサー
- 18: 孔
- 19: 振動円板
- 24: けい光ランプ
- 30: けい光物質の被膜

【第1図】



【第2図】

